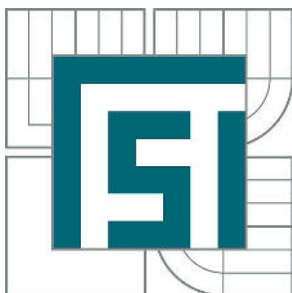


VYSOKÉ UČENÍ TECHNICKÉ V BRNĚ
BRNO UNIVERSITY OF TECHNOLOGY



FAKULTA STROJNÍHO INŽENÝRSTVÍ
ÚSTAV MATERIÁLOVÝCH VĚD A INŽENÝRSTVÍ
FACULTY OF MECHANICAL ENGINEERING
INSTITUTE OF MATERIALS SCIENCE AND ENGINEERING

STUDIUM REAKČNÍ SYNTÉZY INTERMETALICKÝCH MATERIÁLŮ Z DEPOZITŮ KINETICKÉHO NAPRAŠOVÁNÍ BINÁRNÍCH SYSTÉMŮ OBSAHUJÍCÍCH ŽELEZO

REACTION SYNTHESIS OF BULK INTERMETALLIC MATERIALS FROM COLD SPRAY
DEPOSITS FROM BINARY POWDERS CONTAINING IRON

DIPLOMOVÁ PRÁCE
MASTER'S THESIS

AUTOR PRÁCE
AUTHOR

Bc. LUCIE PÁLENÍKOVÁ

VEDOUCÍ PRÁCE
SUPERVISOR

doc. Ing. VÍT JAN, Ph.D.

BRNO 2015

Vysoké učení technické v Brně, Fakulta strojního inženýrství

Ústav materiálových věd a inženýrství

Akademický rok: 2014/2015

ZADÁNÍ DIPLOMOVÉ PRÁCE

student(ka): Bc. Lucie Páleníková

který/která studuje v **magisterském navazujícím studijním programu**

obor: **Materiálové inženýrství (3911T011)**

Ředitel ústavu Vám v souladu se zákonem č.111/1998 o vysokých školách a se Studijním a zkušebním řádem VUT v Brně určuje následující téma diplomové práce:

Studium reakční syntézy intermetalických materiálů z depozitů kinetického naprašování binárních systémů obsahujících železo

v anglickém jazyce:

Reaction synthesis of bulk intermetallic materials from cold spray deposits from binary powders containing iron

Stručná charakteristika problematiky úkolu:

Příprava intermetalických materiálů klasickou metalurgií vyžaduje velmi náročné postupy vakuové metalurgie. Alternativou k vakuové metalurgii je prášková metalurgie, kde jsou výrobky omezeny tvarem extrudovaných profilů nebo finanční náročností lisovacích forem. Navrhované téma pracuje s myšlenkou přípravy objemového materiálu reakční difuzní syntézou z objemového nástřiku základních materiálů metodou cold-spray.

Cíle diplomové práce:

Teoretická orientace v problematice přípravy a využití intermetalických materiálů. Experimentální příprava intermetalik z prekurzorů vytvořených nízkoteplotním kinetickým naprašováním. Příprava vzorků, jejich difuzní žíhání, analýza změn v mikrostruktuře vzorků a návrh úprav technologie pro konečné získání homogenního intermetalického materiálu. DSC analýzy reakcí probíhajících v jednotlivých depozitech. Návrh technologie pro kompaktování porézního meziproduktu.

Seznam odborné literatury:

Diffusion in Solids By Paul Shewmon; Minerals, Metals, & Materials Society

Chemistry in Motion: Reaction-Diffusion Systems for Micro- and Nanotechnology By Bartosz A. Grzybowski; Wiley

Intermetallics By Gerhard Sauthoff; Wiley-VCH Verlag GmbH

Vedoucí diplomové práce: doc. Ing. Vít Jan, Ph.D.

Termín odevzdání diplomové práce je stanoven časovým plánem akademického roku 2014/2015.

V Brně, dne 3.2.2015

L.S.

prof. Ing. Ivo Dlouhý, CSc.
Ředitel ústavu

doc. Ing. Jaroslav Katolický, Ph.D.
Děkan fakulty

ABSTRAKT

Diplomová práce se zabývá studiem reakční syntézy materiálů Fe–Al, Fe–Cu a Fe–Ni, které byly vyrobeny metodou kinetického naprašování. V literární studii jsou popsány tyto jednotlivé systémy a pro každý tento systém je zde uveden a zároveň i popsán jeho rovnovážný binární diagram. Kromě tohoto je tady stručně vysvětlena difúze, Kirkendallův jev a další možné technologie výroby intermetalických materiálů. V experimentální části byly jednotlivé vzorky nástřiků žihány a poté byly zkoumány změny mikrostruktury. Práce obsahuje fotografie mikrostruktury, výsledky mikrostrukturních a chemických analýz z elektronového mikroskopu, fázové analýzy difrakcí rentgenova záření a výsledky z měření mikrotvrdosti.

Klíčová slova

Aluminidy železa, FeCu, intermetalické sloučenin Fe–Ni, technologie výroby intermetalických materiálů, cold spray, difúze, Kirkendallův jev

ABSTRACT

This thesis deals with reaction synthesis of materials Fe–Al, Fe–Cu and Fe–Ni from cold spray. In literature analysis are introduced these systems and for each system there is brief description of binary equilibrium diagram. Furthermore here are some short explanations of diffusion, Kirkendall effect and other possible processing technologies of intermetallic materials. In experimental part, samples of sprayed materials were annealed and then microstructural changes were investigated. This thesis contains photographs of microstructure, results from scanning electron microscopy, X-ray, and measurements of microhardness.

Key words

Iron aluminides, FeCu, intermetallic compounds of Fe–Ni, processing technologies of intermetallic materials, cold gas–dynamic spray, diffusion, Kirkendall effect

BIBLIOGRAFICKÁ CITACE

PÁLENÍKOVÁ, L. *Studium reakční syntézy intermetalických materiálů z depozitů kinetického naprašování binárních systémů obsahujících železo*. Brno: Vysoké učení technické v Brně, Fakulta strojního inženýrství, 2015. 156 s. Vedoucí diplomové práce doc. Ing. Vít Jan, Ph.D..

PROHLÁŠENÍ

Prohlašuji, že jsem diplomovou práci na téma *Studium reakční syntézy intermetalických materiálů z depozitů kinetického naprašování binárních systémů obsahujících železo* vypracovala samostatně s použitím odborné literatury a pramenů, které jsou uvedeny a řádně citovány v seznamu použité literatury této práce.

Datum: 29. 5. 2015

.....
Lucie Páleníková

PODĚKOVÁNÍ

Tímto bych chtěla poděkovat svému vedoucímu práce doc. Ing. Vítu Janovi, Ph.D. nejen za vedení a pomoc při tvorbě této práce, ale za všechnen jeho vynaložený čas, který mi v průběhu tvorby práce a experimentů věnoval. Děkuji také za to, že i ten "nejbizarnější" experiment mohl být proveden.

Děkuji i Mgr. Janu Čuperovi, že vždy dokázal udělat nezměrné množství snímků a analýz na rastrovacím elektronovém mikroskopu.

Chtěla bych poděkovat své rodině, kamarádům a přítelovi, že mě dokázali povzbudit a podržet během samotného studia a během tvorby této diplomové práce. Zvláštní dík patří mým rodičům, protože bez jejich pomoci bych nemohla dále studovat.

OBSAH:

1	CÍLE PRÁCE	1
2	ÚVOD	2
3	TEORETICKÁ ČÁST	3
3.1	Intermetalika	3
3.2	Krystalová struktura intermetalických materiálů	4
3.2.1	Uspořádané intermetalické sloučeniny	6
3.2.2	Sloučeniny s krystalovou strukturou typu B2	7
3.2.3	Sloučeniny s krystalovou strukturou typu D0 ₃	7
3.3	Stručné seznámení s důležitými prvky tvořícími materiály v této práci	8
3.3.1	Železo	8
3.3.2	Hliník	8
3.3.3	Měď	8
3.3.4	Nikl	9
3.4	FeAl	10
3.4.1	Fázový diagram Fe–Al	10
3.4.2	Aluminidy železa	12
3.4.3	FeAl	14
3.4.4	Fe ₃ Al	15
3.4.5	Možnost zvýšení mechanických a creepových vlastností aluminidů	16
3.5	FeCu	19
3.5.1	Fázový diagram Fe–Cu	19
3.5.2	Slitiny FeCu	20
3.5.3	Rozpad slitin FeCu	20
3.5.3.1	Precipitace slitin bohatých na železo	20
3.5.3.2	Spinodální rozpad slitin bohatých na měď	21
3.5.4	Vliv tepelného stárnutí na FeCu	21
3.6	FeNi	23
3.6.1	Fázový diagram Fe–Ni	23
3.6.2	Slitiny Invar	24
3.6.3	Magneticky měkké slitiny FeNi	25
3.6.3.1	Zvýšení mechanických vlastností FeNi slitin	25
3.6.4	Rozpad slitin NiFe	26
3.6.4.1	Tepelné stárnutí slitiny Ni–Fe	26
3.7	Difúze	27
3.7.1	Mechanismus difúze	28
3.7.1.1	Vakantní difúze	29
3.7.1.2	Intersticiální difúze	29
3.7.2	První Fickův zákon	30
3.7.3	Druhý Fickův zákon	31
3.8	Kirkendallův jev	32
3.9	Metody přípravy intermetalických materiálů	33
3.9.1	Tavení směsí	33
3.9.2	Odlévání	34
3.9.3	Využití squeeze castingu pro reaktivní infiltraci taveniny	34
3.9.4	Prášková metalurgie	35
3.9.4.1	Atomizace v inertním plynu	35
3.9.4.2	Mletí prášku	36
3.9.4.3	Mechanické legování (mechanical alloying – MA)	36

3.9.4.4	Techniky zhutňování	36
3.9.4.5	Slinování	37
3.9.4.6	Reakční syntéza	38
3.9.4.7	Vakuové lisování za tepla (Vacuum Hot Pressing = VHP)	38
3.9.4.8	Izostatické lisování za tepla (Hot Isostatic Pressing = HIP)	39
3.9.5	Žárové nástřiky	40
4	EXPERIMENTÁLNÍ ČÁST	41
4.1	Experimentální metody	41
4.1.1	Světelná mikroskopie	41
4.1.2	Elektronová mikroskopie	41
4.1.3	Diferenční skenovací kalorimetrie (DSC)	42
4.1.4	Měření mikrotvrdosti	43
4.2	Experimentální materiál	44
4.3	Prášky použité při metodě cold spray	44
4.3.1	Hliník	44
4.3.2	Železo	44
4.3.3	Měď	44
4.3.4	Nikl	45
4.4	Parametry nástřiků	46
4.5	Cold spray (Cold gas–dynamic spray)	47
4.6	Příprava vzorků	49
4.7	Metalografická příprava vzorků	49
4.8	Grafický přehled experimentů v binárních diagramech	50
4.8.1	FeAl	50
4.8.2	FeCu	51
4.8.3	FeNi	52
4.9	Nástřik FeAl I	53
4.9.1	Tepelně nezpracovaný vzorek	53
4.9.2	DSC vzorek – teplota 1000 °C, 2 přeběhy	55
4.9.3	Mikrostruktura DSC vzorků na teplotě 618 °C + 700 °C	57
4.9.4	Vzorek žíhaný na teplotě 550 °C (2 hod.)	58
4.9.5	Vzorek žíhaný na teplotě 600 °C (2 hod.)	61
4.9.6	Vzorek žíhaný na teplotě 650 °C (2 hod.)	64
4.9.7	Vzorek žíhaný na teplotě 700 °C (2 hod.)	67
4.9.8	Vzorek žíhaný na teplotě 750 °C (2 hod.)	70
4.9.9	Vzorek žíhaný na teplotě 750 °C (10 hod.)	73
4.9.10	Vzorek žíhaný na teplotě 750 °C (10 hod.), ochlazen do kapalného dusíku	77
4.9.11	Vzorek žíhaný na teplotě 750 °C (10 hod.) + nízkoteplotní žíhání	82
4.9.12	Vzorek žíhaný na teplotě 750 °C (10 hod.), ochlazen do kapalného dusíku, následně podroben nízkoteplotnímu žíhání	85
4.10	FeAl II	89
4.10.1	Vzorek tepelně nezpracovaný	89
4.10.2	FeAl II žíhané na teplotě 750 °C (10 hod.)	90
4.10.3	FeAl II žíhané na teplotě 750 °C (10 hod.), ochlazen do kapalného dusíku	93
4.10.4	Shrnutí experimentů na vzorcích FeAl I a FeAl II	97
4.11	Nástřik FeCu	98
4.11.1	Vzorek tepelně nezpracovaný	98
4.11.2	DSC vzorek – teplota 1150 °C, 2 přechody	100
4.11.3	Vzorek žíhaný na teplotě 700 °C (2 hod.)	103
4.11.4	Vzorek žíhaný na teplotě 900 °C (2 hod.)	106

4.11.5	Vzorek žíhaný na teplotě 1000 °C (2 hod.)	110
4.11.6	Vzorek žíhaný na teplotě 1100 °C (2 hod.)	112
4.11.7	Vzorek žíhaný na teplotě 1000 °C (10hod.)	116
4.11.8	Vzorek žíhaný na teplotě 1000 °C (10 hod.), 800 °C (2 hod.)	119
4.11.9	Shrnutí experimentů na vzorcích FeCu	123
4.12	Nástřik FeNi	124
4.12.1	Vzorek tepelně nezpracovaný	124
4.12.2	DSC vzorek – teplota 700 °C	126
4.12.3	DSC vzorek – teplota 1150 °C	127
4.12.4	Vzorek žíhaný na teplotě 500 °C (2 hod.)	128
4.12.5	Vzorek žíhaný na teplotě 700 °C (2 hod.)	130
4.12.6	Vzorek žíhaný na teplotě 700°C (10 hod.)	133
4.12.7	Shrnutí experimentů na vzorcích FeNi	136
5	DISKUZE VÝSLEDKŮ	137
5.1	FeAl	137
5.2	FeCu	141
5.3	FeNi	144
6	ZÁVĚR	146
7	SEZNAM POUŽITÝCH ZDROJŮ	147
8	SEZNAM POUŽITÝCH ZKRATEK	156

1 CÍLE PRÁCE

Cílem literární studie je seznámení s intermetalickými sloučeninami, s jejich krystalickou stavbou a se systémy Fe–Al, Fe–Cu a Fe–Ni. U jednotlivých systémů je vždy popsán jejich rovnovážný binární diagram a zároveň jsou pro něj vybráni zástupci, kteří reprezentují danou skupinu materiálů. V další části této studie je stručně popsána difúze v kovech a Kirkendallův jev. Poté následuje představení několika metod výroby intermetalických materiálů, jelikož u intermetalik během výroby nastávají určité problémy.

Experimentální část obsahuje stručné seznámení s metodou cold spray. Dále je věnována rozborům a studiím změn mikrostruktury ve vzorcích, jež byly žíhány na různé teploty a na různé výdrže. Tyto teploty byly pro každý systém jinak zvoleny dle jejich rovnovážných diagramů. Experimentálním materiálem byly nástřiky zhotovené metodou cold spray. Hodnocení mikrostruktur probíhalo na světelné a elektronové mikroskopii. Každý vzorek byl navíc podroben zkoušce mikrotvrdosti. Pro jednotlivé teploty byly vytvořeny DSC analýzy, jež sloužily pro větší pochopení a potvrzení dějů probíhajících v mikrostrukturách.

V diskuzi výsledků jsou shrnuta všechna provedená měření a analýzy. Tyto výsledky jsou navzájem porovnány a jsou z nich dále vyvozeny závěry. V této části je také věnována pozornost možnému použití jednotlivých systémů i jejich další možné výrobě.

2 ÚVOD

Intermetalické sloučeniny užívá lidstvo již od dávných dob. Použití prvních intermetalických materiálů ale samozřejmě nebylo záměrné. Jejich aplikace spočívala ve více důvodech ať již z funkčního či dekorativního hlediska. Lidé si tehdy například povšimli, že vrstvy z těchto materiálů dosahují výrazné tvrdosti a odolnosti vůči opotřebení. Nejstarší datované nálezy intermetalických sloučenin byly nalezeny v Egyptě, kde byly ve vrstvách bronzových nástrojů objeveny fáze Cu_3As . Tyto nástroje byly vyrobeny zhruba již před 2500 let př. n. l. K další aplikaci docházelo v Římě, přičemž intermetalické materiály byly využívány na výrobu mincí a částí ornamentů. V tomto případě byla nalezena fáze CuZn . V novodobé historii používání intermetalik lze narazit na případ z roku 1921, kdy byla vyvinuta magnetická slitina Permalloy (Ni_3Fe), jež dosahuje vysoké permeability. Poté následují v rychlém sledu další aplikace intermetalik. V roce 1935 byla například objevena slitina Sendust ($\text{Fe}_3(\text{Si}, \text{Al})$) a od roku 1962 je používána slitina NiTi , která je známá pro svou tvarovou paměť. [1, 2]

Jakmile nastal rozvoj fyzikální metalurgie, byly intermetalické sloučeniny podrobeny vědeckému výzkumu. Ve 20. století bylo použití intermetalik založeno hlavně na porozumění základních metalurgických principů. Současně jsou intermetalika používána jako funkční materiály. [1, 2]

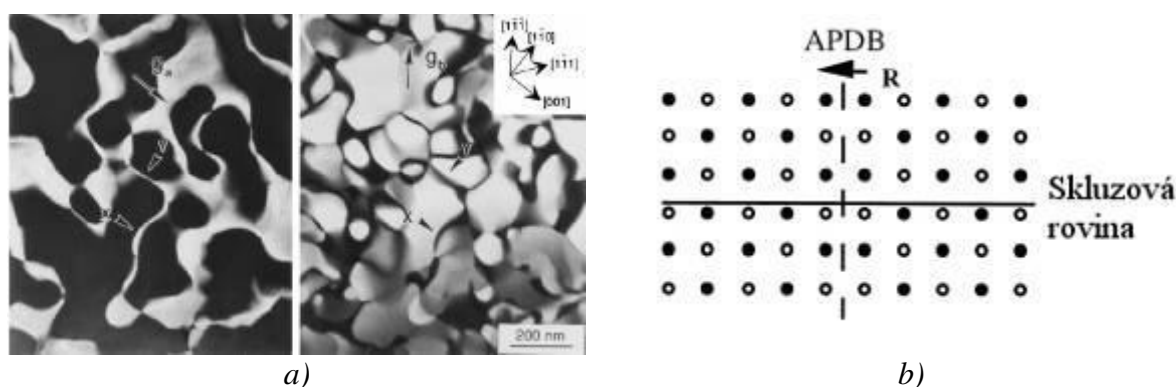
Stálý zájem o intermetalické materiály je spojen s jejich speciálními vlastnostmi, díky kterým by mohly nahradit spoustu běžně používaných slitin. Tyto speciální vlastnosti jsou způsobené uspořádanou krystalovou strukturou. Nejvíce diskutovaná část jejich aplikace leží ve vysokoteplotní oblasti, kde si intermetalika zachovávají dostatečnou vysokou pevnost a odolnost vůči oxidaci a zároveň nízkou hmotnost součástí oproti běžným slitinám. Některá intermetalika se jeví jako velmi zajímavá pro použití v prostředí obsahujícím síru, v němž by jiné slitiny selhávaly. Bohužel intermetalické slitiny vykazují křehkost, která do dnešní doby pořád brání jejich úplnému využití. Tato křehkost je způsobena převážně jejich citlivostí na vodík a u některých intermetalik je spojena s citlivostí na vystavené prostředí. Tuto křehkost se snažili mnozí vědci vyřešit tepelným zpracováním a legováním různými prvky. Nicméně se ukazuje, že tam, kde jsou posílena určitá slabá místa v intermetalikách, jsou následně zhoršena jiná, která by mohla být stejně důležitá pro danou aplikaci. [1, 2]

Výroba intermetalických materiálů, i když bývá někdy problematická, je v současné době na uspokojivé úrovni. Vždy záleží, jakých vlastností intermetalických materiálů má být dosaženo a zároveň i o jaké materiály se jedná. Metoda, která je perfektní pro jeden určitý systém, nemusí být efektivní u jiného systému a může naopak vést k destrukci daných intermetalických materiálů.

3 TEORETICKÁ ČÁST

3.1 Intermetalika

Na začátku 20. století byla objevena celá řada intermetalických materiálů, která byla vytvořena různou kombinací dvou kovů. Po vzniku jednotlivých intermetalických materiálů následovalo zkoumání jejich mechanických vlastností a to nejen z pohledu teoretického významu, ale také z důvodu porozumění jejich chování. Počátky výzkumů intermetalik jsou připisovány ruskému mineralogovi Nikolaiovi Semyonovichovi Kurnakovovi a německému chemiku Gustavu Tammannovi. Z vědeckých bádání tehdy vzešly nové výsledky týkající se defektů v mřížce a vlastností intermetalik. Mimo jiné byly objeveny i antifázové hranice (viz *obr. 1 a*), [3] a *obr. 1 b*), [4]) a domény, křehkost intermetalik za teplot nižších než $0,7 \cdot T_m$, anebo anomální teplotní závislost pevnosti Ni_3Al . [2, 5]



Obr. 1: Ukázka antifázové hranice: a) snímky antifázové hranice v TEM tmavé pole, b) schéma antifázové hranice

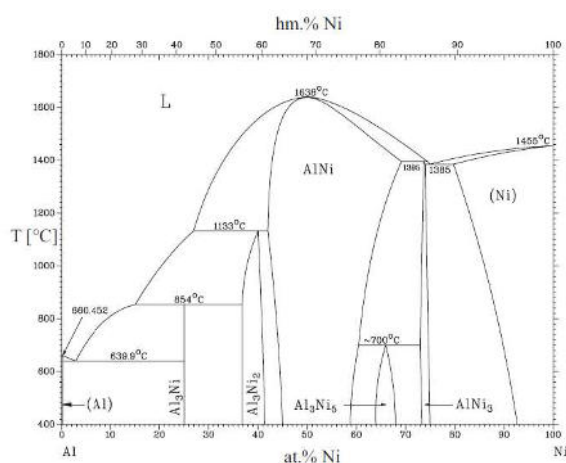
Intermediální fáze se nacházejí uvnitř rovnovážných diagramů. Tvoří se často v soustavách mezi složkami takovým způsobem, že nikdy nezasahují do žádné čisté složky. Mohou vznikat v binárních i ve vícesložkových soustavách. Jejich výskyt v soustavě není nijak omezen, takže může nastat situace, kdy v jedné soustavě existuje i více intermediálních fází najednou. Na *obr. 2* je ukázka binárního rovnovážného diagramu pro hliník a nikl. [6] V diagramu jsou patrné oblasti, v nichž vznikají jednotlivé intermediální fáze. [7, 8]

Intermetalika patří do skupiny intermediálních fází a jsou vytvořeny z kovových prvků. Pod pojmem intermetalika jsou označovány intermetalické fáze a sloučeniny. Tyto fáze a sloučeniny mají odlišnou krystalovou strukturu od prvků, z nichž vznikly. Mohou se vytvářet přeměnou tuhých roztoků stejného složení (např. fáze σ v soustavě Fe–Cr) nebo pomocí jejich rozpadu (např. ve slitinách typu Al–Cu). Dalšími mechanismy jejich vzniku jsou peritektická reakce mezi taveninou a tuhou fází anebo přímá krystalizace z taveniny. Takové materiály většinou vykazují vysokou pevnost, tvrdost, ale také křehkost. [7, 8]

Složení intermetalik může být omezeno jedním přesně daným složením, ale existují i intermetalika, jejichž existence je možná v širokém rozmezí chemického složení. Dle velikosti tohoto intervalu, se intermetalika rozdělují na fáze, jež se rozprostírají přes široké rozmezí, a na sloučeniny s přesně daným stechiometrickým složením. Intermetalické fáze mohou mimo jiné existovat v určité teplotní oblasti. Mezi intermetaliky navíc existují fáze, u nichž při ohřátí nad kritickou teplotou dochází k přechodu z uspořádané na neuspořádanou strukturu jako například fáze Cu_3Au . Za nízkých teplot má tato fáze uspořádanou plošně středěnou kubickou mřížku typu $L1_2$, zatímco na vyšších teplotách než je kritická teplota, má Cu_3Au již neuspořádanou strukturu. Intermetalické materiály mají většinou povahu chemických sloučenin s přesným bodem tání. [2, 7, 8, 9]

Do skupiny intermetalických materiálů je zahrnuto velké množství fází. Tyto fáze se vzájemně výrazně liší vazbou, krystalovou strukturou a vlastnostmi. Z tohoto důvodu jsou intermetalické fáze obvykle řazeny do různých skupin podle jejich podobného chování. [2]

U intermetalických sloučenin se ve struktuře vyskytují konstituční defekty. Tyto defekty jsou způsobené různým obsazením volných prostor ve vzniklé mřížce atomy odlišných prvků. Konstituční defekty vznikají ve struktuře intermetalik, které existují v oblasti s větším koncentračním rozhraním. V tomto případě hraje roli pro tvorbu defektů jejich nestechiometrické složení, přičemž vznikají antisite defekty u atomů anebo konstituční vakance. Defekty intermetalických sloučenin s nestechiometrickým složením jsou ovlivňovány krystalovou strukturou. Převládající typ defektů je určen v závislosti na typu krystalové struktury. [5]



Obr. 2: Rovnovážný diagram hliníku a niklu

3.2 Krystalová struktura intermetalických materiálů

Intermetalické materiály krystalizují v nadmřížkových strukturách. Typické nadmřížkové struktury u intermetalik vycházejí z kovových struktur FCC, BCC a HCP. Tvorba intermetalických sloučenin je spojena s vyššími vazebnými silami mezi navzájem rozdílnými atomy oproti vazebným silám mezi stejnými atomy. Tímto se vytváří uspořádaná krystalová mřížka. V takovéto mřížce jsou atomy uspořádány tak, aby bylo zachováno obklopení každého atomu atomy jiných prvků. Pro ukázkou a lepší pochopení jsou na obr. 3.[1] znázorněné jednoduché krystalové struktury intermetalických sloučenin. [1, 2]

Intermetalika mohou být děleny podle Hume-Rotheryho faktorů, které jednoduše určují jejich krystalovou strukturu. Mezi tyto faktory patří velikostní faktor, elektronová koncentrace a elektrochemický faktor. [2, 8, 9, 10]

Intermetalické fáze jsou dle převládajícího charakteru rozděleny na:

- ✓ elektrochemické neboli valenční sloučeniny (např. Mg_2Pb , MgS),
- ✓ sloučeniny určené velikostním faktorem (např. VN, CrN),
- ✓ elektronové sloučeniny (např. CuZn , Ag_3Al). [8]

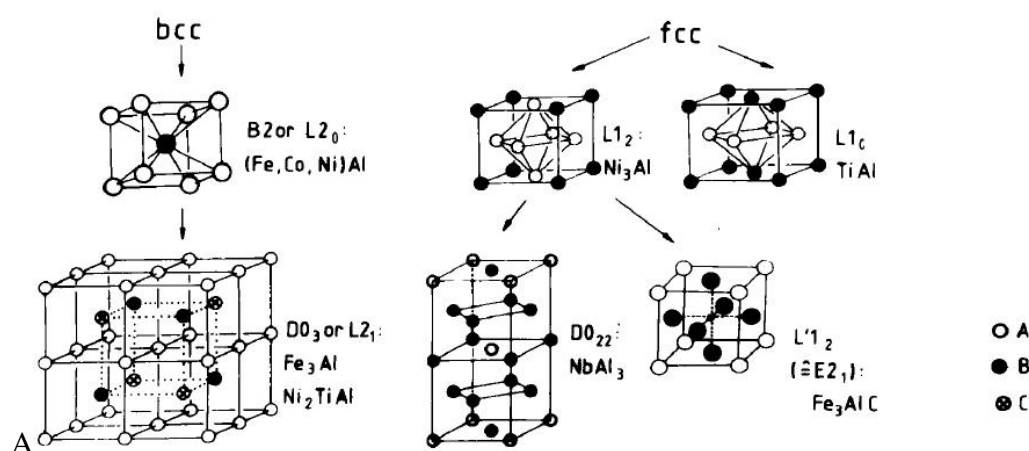
Nicméně vztah mezi typem struktury a vlastnostmi jednotlivých atomů složek není tak jednoduchý a podléhá mnoha dalším kritériím. Hume-Rotheryho faktory sice dokážou celkem přesně zařadit a popsat některá intermetalika, ale neplatí pro všechna intermetalika. Navzdory tomu, že se tímto tématem zabývalo mnoho vědeckých studií, jsou jejich výsledky nejednoznačné. A to proto, že každý autor studie klade význam na jiné aspekty. I když panují

značné neshody mezi těmito autory, existují tři významné a důležité skupiny intermetalik – Zintlovy fáze, Hume-Rotheryho fáze a Lavesovy fáze. [1, 2, 5]

Zintlovy fáze jsou charakteristické tím, že mají plně obsazený valenční oktet. Jsou tvořeny z prvků ležících na levé straně spolu s prvky ležícími na pravé straně periodické tabulky prvků. Tyto fáze jsou považovány za valenční sloučeniny a mají krystalovou strukturu typickou pro soli. Těmito fázemi mohou být kupříkladu NaTl a Mg_2Si . Jelikož v těchto sloučeninách jsou také přítomny iontové vazby, záleží navíc i na rozložení elektronů. Tato koncentrace elektronů je určována jako průměrné číslo valenčních elektronů na jeden atom. Zintlovy fáze mohou být rovněž pokládány za elektronové sloučeniny. Svůj název získaly po německém chemiku Eduardu Zintlvi. [1, 2]

Mezi nejznámější elektronové sloučeniny se řadí Hume-Rotheryho fáze. Toto jméno dostaly na počest metalurga britského původu Williama Hume Rotheryho, protože je tehdy dokázal nejlépe popsat. Hume-Rotheryho fáze jsou typické tím, že jejich vazba nemá čistě kovový charakter. Intermetalikum NiAl má například kovalentní vazbu s některými znaky kovové vazby. Reprezentující zástupci Hume-Rotheryho fází jsou FeAl, NiAl, CoAl a Zn_3Co . [1, 2]

Velká skupina intermetalických sloučenin je určena podle poměrů velikosti a podle uspořádání atomů. Tyto sloučeniny bývají označovány jako sloučeniny určené velikostním faktorem, těsně uspořádaná intermetalika či Frank-Kasparovy fáze. Nejznámější zástupce těchto sloučenin jsou Lavesovy fáze, například MgZn_2 , MgCu_2 a MgNi_2 . Znaky krystalové struktury těchto sloučenin jsou vysoká symetrie, vysoká atomová koordinace a vysoká hustota. Pojmenování dostaly po německém mineralogovi a krystalografovi Fritzu Lavesovi. [1, 2]



Obr. 3: Jednoduchá ukázka několik krystalových struktur intermetalik, které vycházejí z BCC nebo FCC mřížky. Tato ukázka je doplněna o typické příklady intermetalik.

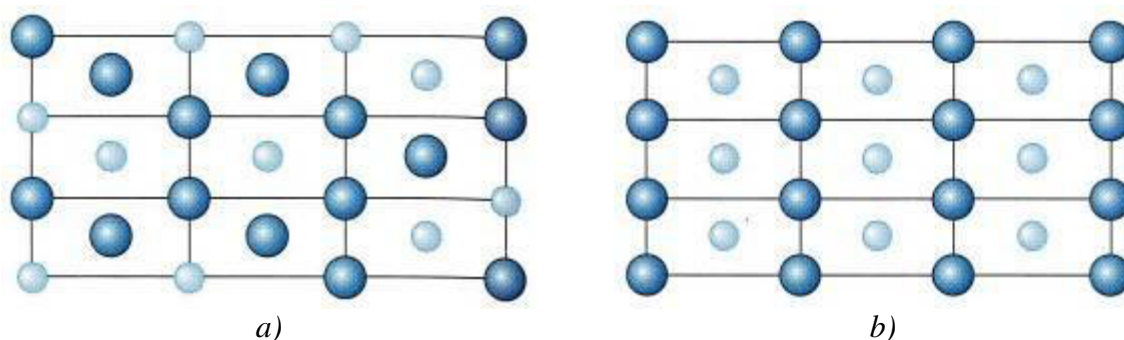
V následujících kapitolách budou zmíněny intermetalické sloučeniny uspořádané na dlouhou vzdálenost, protože vytváří speciální skupinu intermetalik. Dále budou stručně probrány dvě hlavní uspořádané mřížky typu B2 a DO₃ vycházející z BCC struktury, jelikož vzniklé fáze v experimentální části krystalizují převážně v těchto mřížkách.

3.2.1 Uspořádané intermetalické sloučeniny

Uspořádané intermetalické sloučeniny tvoří unikátní skupinu kovových materiálů. Nacházejí-li se tyto sloučeniny pod kritickou teplotou (T_c), mají svou krystalovou strukturu uspořádanou na dlouhou vzdálenost. Jejich tvorba nastává během fázového přechodu z krystalové struktury s nižší symetrií. Fázový přechod zapříčiňuje uspořádávání jednotlivých atomů z tuhého roztoku do nadmřížkové struktury. Snaha, která vede k tomuto uspořádávání, vzniká v důsledku již zmiňovaných silnějších vazebných interakcí mezi rozdílnými atomy. Stejně atomy jsou k sobě navzájem poutány s nižší vazebnou silou. Rozdíl v těchto vazebných silách je označován za interakční energii. Čím je vyšší interakční energie, tím krystal dosahuje větší stability spolu s vyšší teplotou uspořádávání. [1, 11]

Názorná ukázka uspořádané a neuspořádané struktury je uvedena na *obr. 4* [12], kde jsou schematicky vymodelovány jednotlivé struktury. Dále jsou v *tab. 1* uvedeny fáze s typem struktury a s jejich vlastnostmi. [11]

Slitiny s uspořádanou krystalovou strukturou jsou lákavé pro vysokoteplotní aplikace. Největší zájem panuje o aluminidy niklu (Ni_3Al a $NiAl$), aluminidy železa (Fe_3Al a $FeAl$) a aluminidy titanu (Ti_3Al a $TiAl$). Všechny tyto intermetalické materiály mají vlastnosti nutné pro takovéto použití. [1, 11]



Obr. 4: Atomové uspořádání: a) neuspořádaná struktura běžné slitiny, b) uspořádaná krystalová struktura na dlouhou vzdálenost v uspořádaných intermetalických sloučeninách

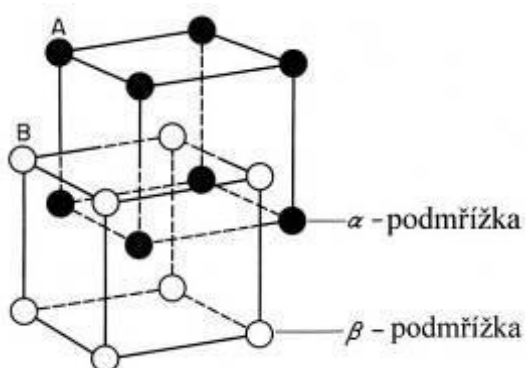
Tab. 1: Přehled vlastností vybraných intermetalických fází

Fáze	Krystalová struktura	Kritická teplota uspořádání (T_c)	Teplota tání (T_m)	Hustota materiálu	Youngův modul	Rozsah existence fáze ($T=400^\circ C$)
		$^\circ C$	$^\circ C$	g/cm^3	GPa	
Ni_3Al	$L1_2$ (uspořádaná fcc)	1390	1390	7,5	179	73-75 at.% Ni
$NiAl$	$B2$ (uspořádaná bcc)	1640	1640	5,86	294	45-59 at.% Ni
Fe_3Al	$D0_3$ (uspořádaná bcc)	540	1540	6,72	141	27-34 at.% Al
	$B2$ (uspořádaná bcc)	760	1540
$FeAl$	$B2$ (uspořádaná bcc)	1250	1250	5,56	261	33-49 at.% Al
Ti_3Al	$D0_{19}$ (uspořádaná hcp)	1100	1600	4,2	145	22-35 at.% Ti
$TiAl$	$L1_0$ (uspořádaná tetrag.)	1460	1460	3,91	176	49-56 at.% Ti
$TiAl_3$	$D0_{22}$ (uspořádaná tetrag.)	1350	1350	3,4	...	75 at.% Ti

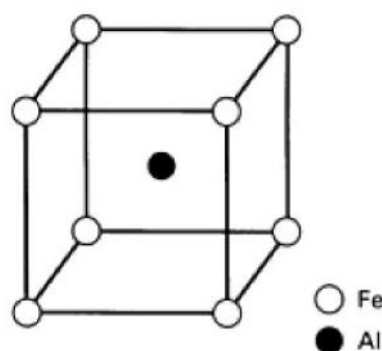
3.2.2 Sloučeniny s krystalovou strukturou typu B2

Struktura sloučenin typu B2 je složena ze dvou kubických prostých podmřížek, přičemž se tyto dvě podmřížky navzájem prostupují. Na *obr. 5*, [5] je zobrazena struktura B2 s podmřížkami označenými α a β . Obecný vzorec sloučeniny krystalizující v této struktuře by mohl být A_xB_{1-x} . Pro stechiometrické složení nabývá x hodnoty 0,5. Ukázka výsledné mřížky je na *obr. 6*, [11]. [5]

Podmřížku α i β vzájemně obsazují atomy prvků A a B. Podle struktury defektů lze tyto sloučeniny rozdělit na dvě skupiny. První skupina je tvořena z prvků, u nichž se vyskytují pouze antisite defekty. V takové struktuře může chemické složení nabývat hodnot jak $x > 0,5$, tak i $x < 0,5$. Druhá skupina vzniká z prvků, u kterých vznikají podle chemického složení dva typy defektů a to buď konstituční vakance ($x < 0,5$), anebo pouze antisite atomy ($x > 0,5$). Do první skupiny patří sloučeniny AgMg a CuZn, naopak druhá skupina je tvořena sloučeninami NiAl, NiGa, CoAl a CoGa.[1, 5]



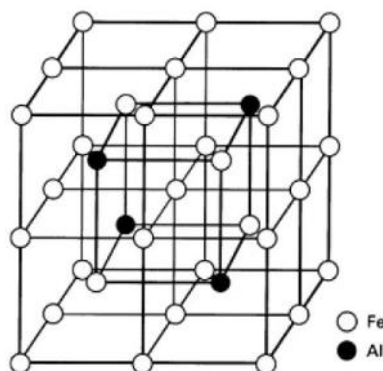
Obr. 5: Znáznornění mřížky typu B2 s podmřížkami



Obr. 6: Mřížka typu B2

3.2.3 Sloučeniny s krystalovou strukturou typu D0₃

Sloučeniny typu D0₃ (viz *obr. 7*, [11]) mají ve struktuře konstituční vakance. Pravděpodobný důvod jejich tvorby ale spočívá ve zcela jiném mechanismu, než jaký vykazují sloučeniny typu B2. Entalpie tvorby vakancí v D0₃ struktuře je nižší než u B2 struktury a zároveň rovnovážná koncentrace vakancí dosahuje vyšších hodnot než u sloučenin s B2 strukturou. Sloučeniny patřící do této skupiny jsou kupříkladu Fe₃Al a Fe₃Si. [5]



Obr. 7: Mřížka typu D0₃

3.3 Stručné seznámení s důležitými prvky tvořícími materiály v této práci

3.3.1 Železo

Železo je v periodické tabulce prvků označeno jako *Fe*. Toto označení má svůj původ v latinském názvu – *Ferrum*. Jeho atomové číslo je 26; dosahuje teploty tání při $T_m = 1539\text{ }^{\circ}\text{C}$. Jeho hustota (ve vyžíhaném stavu) při teplotě $T = 20\text{ }^{\circ}\text{C}$ je 7874 kg/m^3 . Železo je světle šedý polymorfní kov. Za atmosférického tlaku jsou známy modifikace železa, ke kterým dochází v závislosti na změně teploty – α , β , γ a δ . Další známou modifikací je ϵ , která existuje při velmi vysokých teplotách a tlacích. Mřížka této modifikace je hexagonální. Modifikace α je stabilní od pokojové teploty do $760\text{ }^{\circ}\text{C}$ a má krychlovou prostorově středěnou mřížku, viz *obr. 8*, [13]. Při teplotách okolo $760\text{ }^{\circ}\text{C}$ se nachází Curieho bod, kdy se čisté železo stává paramagnetickým. Od tohoto bodu existuje β modifikace, která má stejnou mřížku jako modifikace α . Nad teplotou $912\text{ }^{\circ}\text{C}$ je stabilní modifikace γ až do teploty $1392\text{ }^{\circ}\text{C}$. Tato modifikace má mřížku krychlovou plošně středěnou, viz *obr. 9*, [13]. Při teplotě vyšší než $1392\text{ }^{\circ}\text{C}$ až do teploty tavení se vyskytuje poslední modifikace δ , krystalizující v krychlové prostorově středěné mřížce. Čisté železo má obdobné mechanické vlastnosti jako ostatní čisté kovy. Je dobře tvárné, velmi měkké a vykazuje malou pevnost. [10, 14, 15]

3.3.2 Hliník

Hliník má latinský název *Aluminium*, v periodické soustavě prvků je značen *Al*. Jeho atomové číslo je 13. Teplota tání hliníku dosahuje $660\text{ }^{\circ}\text{C}$. Řadí se mezi lehké kovy s hustotou 2669 kg/m^3 . Hliník je nepolymorfní stříbrnobílý kov; je elektronegativní. Krystalová mřížka, ve které krystalizuje, je kubická plošně středěná (*obr. 9*, [13]). Mezi jeho vlastnosti lze zařadit vysokou odolnost vůči atmosférické korozi, vodě a většině neutrálních a některých slabě kyselých roztoků. Dále vykazuje vysokou elektrickou a tepelnou vodivost. Jeho korozní odolnost je získána díky schopnosti pasivace, která souvisí s tvorbou ochranné oxidické vrstvičky Al_2O_3 nebo $\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot n\text{H}_2\text{O}$ na povrchu hliníku, čímž dochází k zabránění přístupu okolního prostředí přímo na povrch hliníku. Tloušťka ochranné vrstvy může dosahovat od 5 nm do 20 nm. Míra obsahu nečistot v hliníku má výrazný vliv na jeho elektrickou a tepelnou vodivost. Mezi hlavní nečistoty v hliníku patří Si, Fe, Cu, Zn a Ti. [6, 14, 16, 17]

3.3.3 Měď

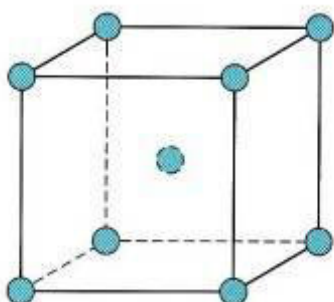
V periodické tabulce prvků je známá pod značkou *Cu*, jež vychází z latinského názvu *Cuprum*. Její atomové číslo je 29. Měď je ušlechtilým kovem načervenalé barvy. Čistá měď krystalizuje v mřížce krychlové plošně středěné (*obr. 9*, [13]). Řadí se mezi kovy se střední teplotou tání ($T_m = 1083\text{ }^{\circ}\text{C}$). Její hustota při $T = 20\text{ }^{\circ}\text{C}$ je 8940 kg/m^3 . Měď má dobrou odolnost proti atmosférické korozi, dobrou obrobiteľnosť, svařitelnost a pájitelnost. Její korozní odolnost není dána schopností pasivovat se, ale především její korozní ušlechtilostí. Tento kov má dobrou tvárnost jak za studena (i v kryogenních teplotách), tak i za tepla. Vykazuje výbornou elektrickou a tepelnou vodivost (tepelná vodivost při $T = 20\text{ }^{\circ}\text{C}$ je $394\text{ W/(m}\cdot\text{K)}$). Se stoupající teplotou se její měrný odpor zvyšuje. Nečistoty snižují elektrickou vodivost mědi výrazným způsobem; a to v takové míře, že se dá pomocí její elektrické vodivosti hodnotit stupeň čistoty mědi. [13, 14, 17, 18]

3.3.4 Nikl

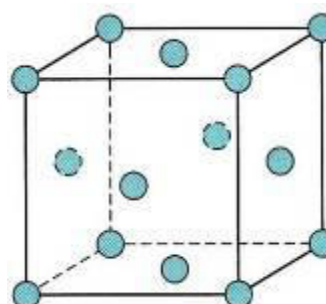
Latinský název tohoto prvku je *Niccolum* a v periodické tabulce prvků ho lze najít pod označením *Ni*. Atomové číslo niklu je 28. Je to bílý feromagnetický kov, který krystalizuje v krychlové plošně středěné mřížce, viz *obr. 9*, [13]. Je poměrně tvrdý a dobře leštitelný. Nikl dosahuje teploty tání při $T_m = 1453\text{ }^{\circ}\text{C}$, a tím se řadí mezi kovy se střední teplotou tání. Jeho hustota při $T = 20\text{ }^{\circ}\text{C}$ je 8908 kg/m^3 . Pro čistý nikl se Curieho bod nachází při teplotě $T = 357\text{ }^{\circ}\text{C}$, avšak v závislosti na míře jeho čistoty se poloha tohoto bodu liší. V oblasti Curieho bodu se projevují anomálie např. u měrného tepla a tepelné roztažnosti. Nikl projevuje magnetostrikci, čímž dochází ke změně jeho rozměrů v závislosti na intenzitě magnetického pole. Praktické využití této vlastnosti se nachází např. v konstrukci ultrazvukových přístrojů. Korozní odolnost niklu v atmosféře, či v mořské vodě je dobrá, což je způsobeno jeho elektrochemickou ušlechtilostí. Za pokojové i zvýšené teploty má dobré mechanické vlastnosti. Tento prvek se používá při výrobě ocelí. Známé jsou také niklové povlaky a vrstvy, které vznikají elektrolytickým vylučováním niklu na povrch součástí. [14, 17, 18]

Tab. 2: Shrnutí a přehled pro jednotlivé prvky tvořící materiály v této práci, [6, 13, 14]

Název prvku	Značka	Krystalová struktura	Parametr mřížky [nm]	Atomový poloměr [nm]
Železo (α)	$\text{Fe}_{(\alpha)}$	BCC	0,286	0,124
Železo (γ)	$\text{Fe}_{(\gamma)}$	FCC	0,351	0,124
Hliník	Al	FCC	0,404	0,143
Měď	Cu	FCC	0,362	0,128
Nikl	Ni	FCC	0,354	0,125



Obr. 8: Kubická prostorově středěná mřížka



Obr. 9: Kubická plošně středěná mřížka

3.4 FeAl

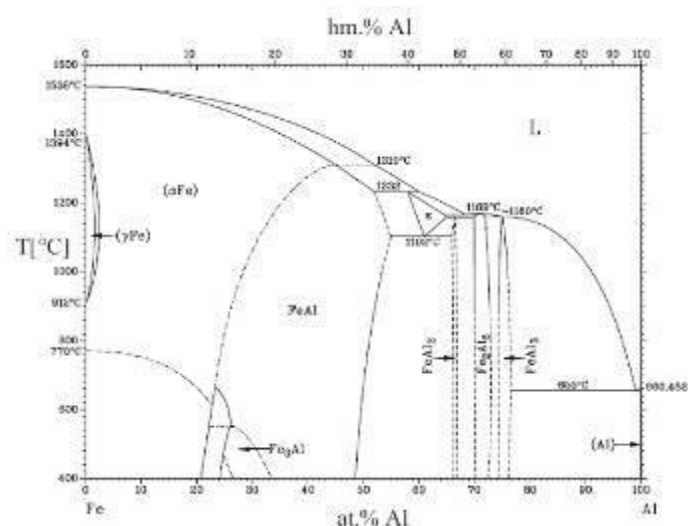
3.4.1 Fázový diagram Fe–Al

Fázový diagram systému Fe–Al je znázorněn na *obr. 10*, [6] a je charakteristický několika peritektickými reakcemi a jednou eutektickou reakcí. V diagramu si lze povšimnout velkého rozdílu mezi teplotami tavení čistého železa a hliníku. V této soustavě je patrná stabilizace α Fe hliníkem, přičemž dochází k úplnému zúžení a uzavření oblasti γ Fe. Toto chování odpovídá feritotvorným prvkům v ocelích, mezi nimiž je také hliník zařazen. Rovnovážnými fázemi v diagramu jsou kapalná fáze, α Fe, γ Fe a tuhý roztok hliníku s rozpustností železa do 0,03 at.%. V soustavě Fe–Al existuje několik intermediálních fází: Fe_3Al , FeAl_2 , Fe_2Al_5 , FeAl_3 a vysokoteplotní fáze ε . Tuhý roztok α Fe krystalizuje v BCC mřížce a vyskytuje se v teplotním rozmezí od 1538 °C až do pokojové teploty s obsahem hliníku do 18 až 20 at. %. Tuhý roztok γ Fe má mřížku FCC a existuje v diagramu v oblasti do 1,3 at.% Al mezi teplotami od 912 °C do 1394 °C. Při sekundární fázové transformaci fáze FeAl dochází ke vzniku Fe_3Al v koncentračním rozmezí od 22 do 30 at.% Al. Velmi důležité dvoufázové oblasti se nacházejí v koncentračním rozmezí od 22–37 %Al, kdy vznikají oblasti α Fe + Fe_3Al a α Fe + FeAl. Teplota změny mezi fázemi Fe_3Al a FeAl je 550 °C. Fáze FeAl může existovat ve struktuře za pokojové teploty v tomto koncentračním rozmezí, pokud dojde k rychlému ochlazení z teploty, při níž je FeAl stabilní. Vysokoteplotní fáze ε se nachází při teplotách okolo 1102 až 1232 °C s obsahem hliníku od 58 do 65 at.%. Na teplotě 1102 °C podléhá eutektoidní reakci a rozpadá se na směs fází FeAl + FeAl_2 . Fáze FeAl_2 , Fe_2Al_5 a FeAl_3 jsou specifické tím, že se vyskytují ve velmi úzkých oblastech. Všechny tyto fáze jsou stabilní přibližně pod teplotou 1160 °C. Fáze FeAl_2 se nachází v oblasti od 66 do 66,9 at.% Al, fáze Fe_2Al_5 má obsah hliníku od 70 do 73 at.% a tuhá fáze FeAl_3 existuje v oblasti od 74,5 do 76,6 at.% Al. Celá tato oblast diagramu není ještě stále přesně stanovena. První peritektická reakce se nachází na teplotě 1232 °C, další na 1102 °C. Eutektická reakce probíhá na teplotě 655 °C pro oblast o koncentraci okolo 76 do 100 at.% Al. Eutektický bod má přibližné složení 98,5 at.% Al. [5, 6, 19]

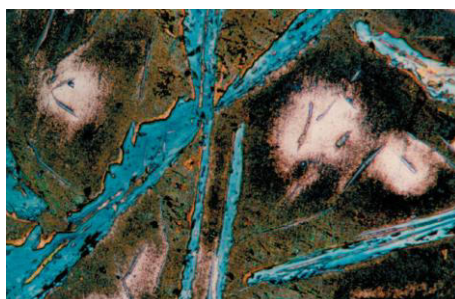
Po rychlém ochlazení taveniny s vysokým obsahem hliníku, vznikají metastabilní fáze FeAl_6 a Fe_2Al_9 . Rozhodující pro vznik konkrétní metastabilní fáze je kinetika přeměny. Při mírné rychlosti ochlazování, dochází k vyloučení fáze FeAl_6 . Naopak při velmi rychlém ochlazení se vytváří fáze Fe_2Al_9 . [20]

Žádoucími fázemi mohou být FeAl a Fe_3Al . V případě vyloučení fáze Fe_3Al by měly být její krystalky pokud možno jemné. Není-li splněna tato podmínka, jsou do struktury vneseny strukturní vruby, jež zhoršují svařitelnost materiálu a jeho odolnost proti únavě. Hrubé krystaly fáze FeAl_3 jsou pro ukázkou na *obr. 11*. [6]

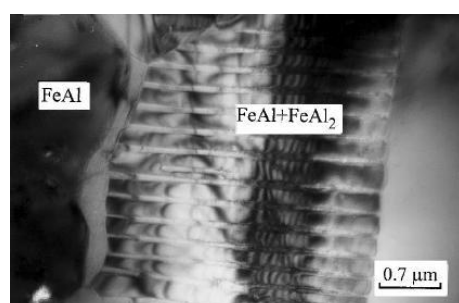
Různé mikrostruktury jsou zachyceny na *obr. 12*. [21]



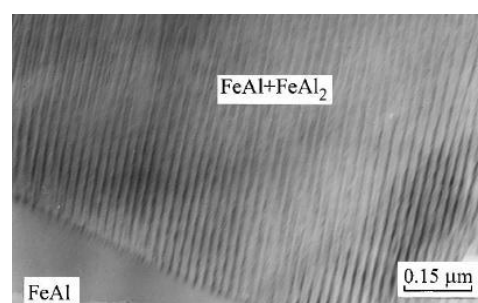
Obr. 10: Diagram systému Fe–Al



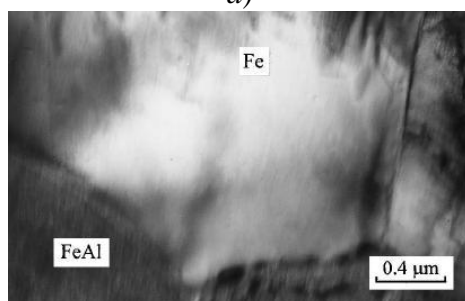
Obr. 11: Mikrostruktura slitiny AlFe10 s vyloučenými modře zbarvenými jehlicemi fáze FeAl_3 (zv. 300 \times)



a)



b)



c)



d)

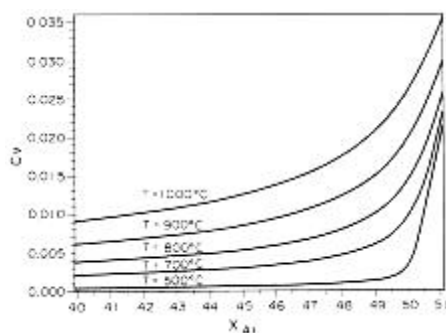
Obr. 12: Snímky byly pořízeny pomocí TEMu. Na prvních snímcích a), b) je zachycena lamelární struktura fází FeAl a FeAl_2 ; na c) je patrné rozhraní mezi železným vláknem a FeAl v kompozitním materiálu s aluminidovou maticí; na snímku d) je hranice zrn mezi Fe_2Al_5 a FeAl

3.4.2 Aluminidy železa

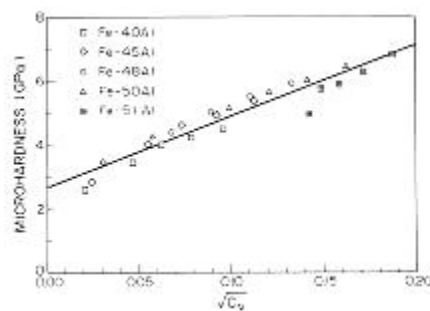
Aluminidy železa jsou studovány již od 30. let 20. století. Řadí se mezi intermetalika s uspořádanou krychlovou prostorově středěnou mřížkou. Tyto intermetalické sloučeniny vykazují vysokou pevnost, dobrou abrazivnost, vysokou korozní odolnost jak v oxidačním, tak i v sulfitačním prostředí. Jsou lákavé z hlediska nízké ceny jednotlivých komponent a menší hustoty v porovnání s oceli. Dosahují však malé houževnatosti při pokojové teplotě. U Fe_3Al navíc dochází k poklesu pevnosti nad teplotou přeměny $\text{D0}_3\text{--B2}$. Největší vliv na nízkou houževnatost u slitin Fe_3Al má citlivost na prostředí, zatímco u slitin FeAl ($> 38 \text{ at.}\% \text{ Al}$) ji způsobují slabé hranice zrn v kombinaci se zpevněním vakancemi. V současné době je křehkost uspořádaných intermetalik řešena legováním různými prvky a dalšími jinými způsoby výroby. Tímto došlo ke vzniku mnoha zajímavých intermetalických slitin s ještě užitečnou pevností a houževnatostí. [19, 22, 23, 24, 25, 26, 27, 28, 29]

Jako legujících prvků je využíváno Nb, Cu, Cr, Ti, Mn a dalších. Pro precipitační zpevnění jsou aluminidy železa legovány Nb, Cu, Ta, Zr, B a C. Legury Cr, Ti, Mn, Si, Mo, V a Ni jsou používány pro zpevnění tuhého roztoku. Obecně platí, že jakékoliv legování těmito prvky, ať už pro precipitační zpevnění, anebo pro zpevnění tuhého roztoku, má za následek malou houževnatost při nízkých teplotách. Vhodnou kombinací legujících prvků lze dosáhnout lepších mechanických vlastností. Například za leguru, která nejvíce ovlivňuje houževnatost aluminidů s vyšším obsahem hliníku, je považován chrom. Mechanické vlastnosti mohou být zlepšeny také tepelným zpracováním, nebo termomechanickými procesy, které spočívají v kontrole mikrostruktury. [24, 23]

Mez kluzu aluminidů je velmi závislá na předchozím tepelném zpracování. U jiných intermetalických materiálů je toto chování spíše neobvyklé. Důvod tohoto jevu u aluminidů spočívá ve výskytu nadměrného množství vakancí ve struktuře. Jejich tvorba je podmíněna tepelnou aktivací pomocí vysokých teplot, přičemž entalpie tvorby vakancí je v těchto oblastech velmi nízká ($0,9\text{--}1,2 \text{ eV}$). Jelikož entalpie migrace vakancí nabývá větších hodnot ($1,5\text{--}1,8 \text{ eV}$), dochází následkem toho k uvěznění nadbytečného množství vakancí ve struktuře. Snadnější tvorba vakancí je možná za vyšších teplot (viz *obr. 13*, [5]). Důsledkem rychlého ochlazení aluminidů vznikají ve struktuře tepelné vakance. S větší koncentrací vakancí u aluminidů, narůstá hodnota tvrdosti a zpevnění (viz *obr. 14*, [5]). Toto zpevnění materiálu je pravděpodobně vyvoláno tím, že se vakance chovají jako tuhý roztok, který brání pohybu dislokacím. Stejně zpevnění může způsobit také shluk vakancí chovající se jako dislokační smyčka, anebo póry. Aluminidy ochlazované tak, že se ve struktuře vytvoří velké množství vakancí, vykazují nízkou houževnatost. Pro anihilaci vakancí je zapotřebí nízkoteplotní dlouhodobé žíhání materiálu. Dlouhodobé výdrže mohou dosáhnout i několika dní. Dlouhodobě žíhané aluminidy vykazují mnohem větší houževnatost. Zpevnění aluminidů sekundárními defekty proběhne tehdy, když dojde ke snížení nadbytku vakancí ve struktuře žíháním na středních teplotách. [2, 28, 30, 31]



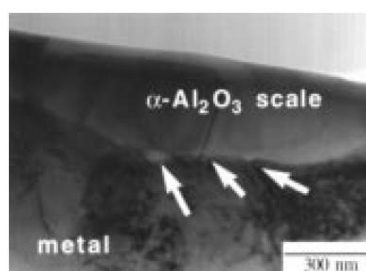
Obr. 13: Koncentrace vakancí (c_v) v FeAl v závislosti na obsahu hliníku (X_{Al}) a na určitých teplotách



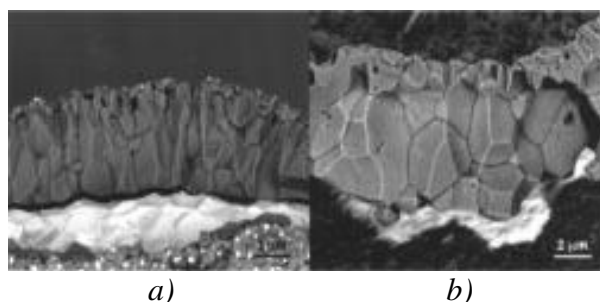
Obr. 14: Závislost mikrotvrdosti FeAl s odmocninou koncentrace vakancí (c_v)

Odolnost vůči oxidaci za vysoké teploty dosahují kovové materiály schopností vytvořit na svém povrchu ochrannou vrstvu. Růst ochranné vrstvy je pomalý a je většinou tvořena ze stabilních oxidů Al_2O_3 , Cr_2O_3 anebo SiO_2 . Dle různých studií systému Fe–Al–O dochází ke tvorbě vrstvy Al_2O_3 již při extrémně nízkých parciálních tlacích kyslíku. U aluminidů obecně platí, že s vyšším obsahem hliníku má materiál větší odolnost vůči koroznímu prostředí. Vystaví-li se Fe_3Al , FeAl a jejich slitiny oxidačnímu prostředí na vysokých teplotách, vytvoří se vrstva $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$. Nacházejí-li se aluminidy v oxidačním prostředí v rozsahu nízkých teplot, vzniká na jejich povrchu vrstva $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ nebo $\theta\text{-Al}_2\text{O}_3$. Na *obr. 15*, [32] je zachyceno rozhraní mezi slitinou a vrstvou $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$. [24, 25, 26, 32]

K tvorbě této vrstvy chránící povrch aluminidů, dochází mimo jiné také v různě smíchaných plynech a ve slaném prostředí. Korozní odolnost ovlivňuje v daném prostředí mnoho faktorů. Těmito základními faktory jsou termodynamická stabilita reakčního produktu v daném prostředí, jeho celistvost, morfologie a druh rozhraní oxid–kov. V reálných podmínkách ochranná funkce vrstvy navíc závisí na rychlosti jejího vytvoření a na rychlosti jejího růstu. Tyto faktory je možné různě kontrolovat. Jejich kontrola spočívá v legování slitin, volbou přísad reaktivních prvků a jejich množstvím, druhem vrstvy, defekty na rozhraní a pevností slitiny. Mezi důležitou část této kontroly patří u aluminidů hlídání množství síry ve struktuře. Síra v těchto materiálech snadno segreguje na rozhraní kov–oxid. Ovlivnění vrstvy Al_2O_3 je na *obr. 16*, [32]. [24, 25, 26, 32]



Obr. 15: Snímek rozhraní kov–oxid z TEMu. Vzorek: slitina Fe–28%Al–2%Cr s dispersním zpevněním Y_2O_3 , výdrž 2 hod. na 1200 °C v kyslíku. Šipky ukazují póry na rozhraní.



Obr. 16: Na snímku je zachycena lomová plocha Al_2O_3 na povrchu slitiny Fe_3Al , která byla vystavena kyslíku na 1200 °C po dobu 96 hod. a) Fe–28%Al–5%Cr–0,1%Zr, b) Fe–28%Al–5%Cr

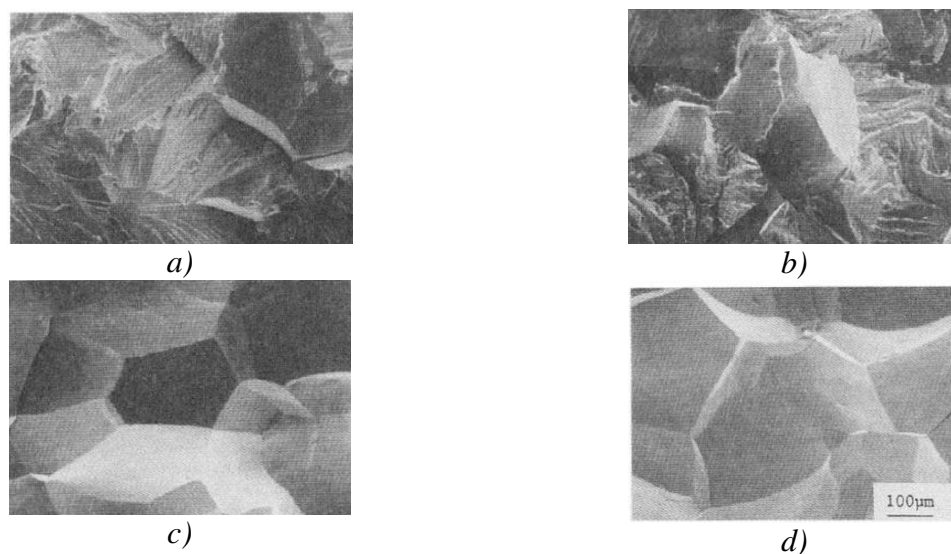
Aluminidy železa jsou dlouhou dobou považovány za vhodné pro aplikace do petrochemického a automobilového průmyslu nebo jako komponenty využívané v roztavených solích. Z důvodu jejich nízké hustoty by mohly být vhodnými kandidáty také pro nahrazení korozivzdorných ocelí nebo slitin na bázi niklu. Často jsou používány jako ochranné vrstvy na kovových materiálech. Mezi metody schopné vyrobit takovéto vrstvy patří plasmové nástřiky, HVOF, anebo cold spray. Další aplikace železných aluminidů může spočívat v oblasti pokojových teplot, kde by se při akceptování nízké houževnatosti dalo využít jejich nízké hustoty a vysoké pevnosti v kombinaci s vysokým modulem pružnosti. [24, 26, 28]

3.4.3 FeAl

FeAl krystalizuje v uspořádané kubické prostorově středěné mřížce typu B2. Tato fáze se vyskytuje v koncentračním rozhraní zhruba od 36 do 50 at.% Al. V diagramu je tato fáze stabilní až do teploty 1310 °C, kde dochází k jejímu inkongruentnímu tání. Deformace za pokojové teploty probíhá skluzem dislokací ve skluzovém systému $\langle 111 \rangle \{110\}$, zatímco při vyšších teplotách dojde k aktivaci skluzového systému $\langle 100 \rangle \{110\}$. Dislokace pohybující se ve směru $\langle 111 \rangle$ jsou superdislokacemi složenými ze dvou částečných dislokací. Mezi těmito částečnými dislokacemi se nachází antifázové rozhraní. Energie antifázového rozhraní klesá s nižším obsahem hliníku. [1, 33]

Aluminidy FeAl mají nízkou hustotu 5,56 g/m³ a vykazují dobrou svařitelnost a dobrou odolnost proti opotřebení v agresivním prostředí. Oproti Fe₃Al a dalším slitinám na bázi železa dosahují mnohem lepší korozivzdornosti a odolnosti proti oxidaci za vysokých teplot. Mechanické vlastnosti FeAl závisí na množství hliníku. Zatímco mez kluzu narůstá se zvyšujícím obsahem hliníku až do 40 at.%, houževnatost má naopak klesající tendenci. Velikost této houževnatosti je ovlivněna také velikostí zrn, přičemž větší houževnatost je dosažena u struktur s menšími zrny. U FeAl lze zvýšit pevnost kombinací stechiometrického složení, legováním bórem a menší velikostí zrn. Legování bórem (0,05–0,2%) zlepšuje pevnost hranic zrn a zabráňuje interkrystalickému lomu. FeAl obsahující více jak 40 at.% Al se porušuje interkrystalickým lomem při pokojové teplotě. K transkrystalickému lomu dochází při působení vodíku. Aluminidy obsahující více jak 38 at.% Al mají sníženou citlivost na prostředí. Na *obr. 17* jsou uvedeny průběhy lomů pro FeAl s různým obsahem hliníku v prostředí kyslíku a vzduchu. [34] Na *obr. 17 a)* došlo k porušení vzorku Fe–35Al vystaveného působení vzduchu k transkrystalickému štěpení. U stejného vzorku se v prostředí kyslíku při aplikovaném zatížení během porušení také vytvořil transkrystalický lom. Z těchto poznatků vyplývá, že aluminidy s vyšším obsahem hliníku jak 38 % nevykazují citlivost na prostředí. [23, 24, 25, 27, 28, 31, 34, 35]

Slitiny na bázi FeAl nacházejí své uplatnění ve výfukových systémech automobilů, u tepelných výměníků a při tvorbě chemických systémů. Jsou používány jako ochranné povlaky na kovové slitiny. [23, 27, 28]



Obr. 17: Způsoby lomu FeAl slitin vystavených vzduchu a kyslíku, a) 35% Al vzduch, b) 35% Al kyslík, c) 43% Al vzduch, d) 43% Al kyslík

3.4.4 Fe_3Al

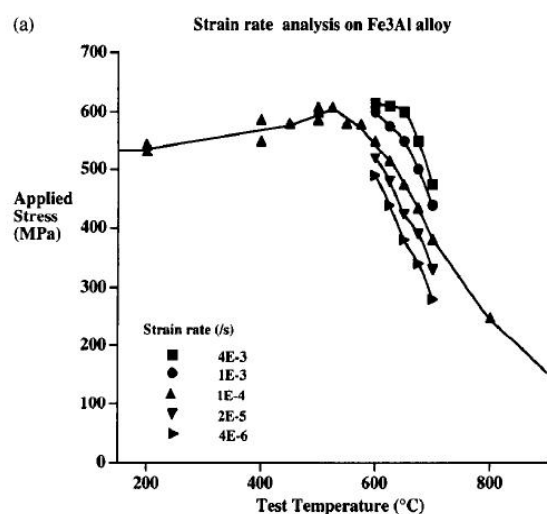
Fe_3Al má uspořádanou strukturu typu $D0_3$ a vyskytuje se v koncentračním rozmezí od 23–36 at.% Al. V diagramu se vedle této oblasti nachází dvoufázová oblast tvořená $FeAl + Fe_3Al$, u které je možné precipitační vytvrzení. Slitiny založené na Fe_3Al vykazují dobrou odolnost vůči kavitaci a dobrou odolnost proti otěru. V oblasti neuspořádané struktury dochází k poklesu creepové odolnosti. Dvěma hlavními faktory zapříčiňující zkrěhnutí těchto aluminidů jsou vlhkost a vodík. Zdroj vodíku se přitom může nacházet kdekoli – ve vodě, v kyselinách, ve vodíkových plynech. V takovýchto případech se Fe_3Al porušuje hlavně transkrystalickým štěpením. Kritická teplota T_c se dá ovlivnit legujícími prvky (např. Mo, Ti a Si) a to až o 250 °C, přičemž dochází i ke změnám mechanických a tribologických vlastností. Skluz superdislokací probíhá na $\langle 111 \rangle \{110\}$ při nízkých teplotách. Jakmile poklesne napětí za vyšších teplot, je znovu aktivován tento skluz po $\langle 111 \rangle \{110\}$. [1, 5, 24, 34, 35, 36, 31]

Fáze Fe_3Al mají vysokou magnetickou permeabilitu, z čehož vyplývá jejich možná aplikace při výrobě magnetických součástek. Magnetické vlastnosti se dají také zlepšovat legováním křemíkem, který substitučně nahrazuje atomy Al při zachování krystalové struktury. Příkladem použití křemíku jako legujícího prvku je slitina Sendust. Byla založena na $Fe_3(Al, Si)$ a své uplatnění našla jako magnetická hlava v nahrávacích přístrojích. Využívají se v odporových topných člácích a ve filtrech horkých plynů. [1, 24]

Použití nacházejí jako porézní filtry pro plyny ve zplyňovacích procesech a v dalších jiných technologiích, kde se vyskytuje vyšší obsah síry. Jejich aplikace je v součástech, které se vyskytují v troubách, pecích, vysoušečích a v tepelných výměnících. [5, 31, 35]

3.4.5 Možnost zvýšení mechanických a creepových vlastností aluminidů

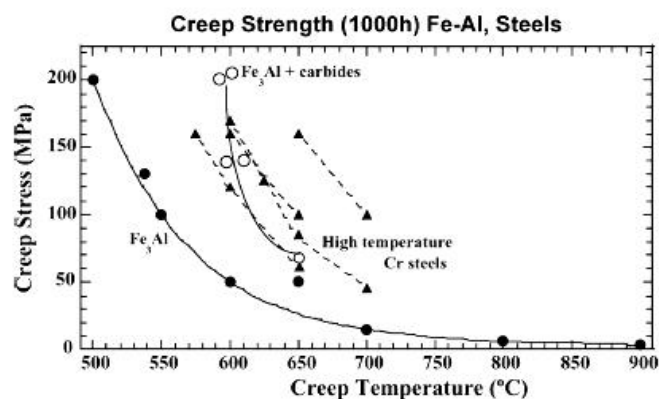
Nejvýznamnější oblast zvýšení mechanických vlastností aluminidů se nachází při vysokých teplotách, kdy dochází mezi teplotami 500–600 °C k poklesu pevnosti. Tento pokles je patrný na *obr. 18*, [35], kde je znázorněna závislost působícího napětí na teplotě. Změnu zpevnění aluminidů je možné provádět kontrolou obsahu hliníku, velikostí a tvarem zrn, rozpouštěním prvků jako je chrom nebo molybden. Další metodou pro zvýšení mechanických vlastností aluminidů je vytvoření jemné disperze částic ve struktuře. Těmito částicemi mohou být intermetalické precipitáty, sekundární fáze, stabilní disperze oxidů anebo Lavesovy fáze. Pro získání dobré odolnosti proti creepu je nutné, aby tyto částice dosahovaly vysoké stability, nerozpustnosti, a malých rozměrů v oblasti vysokých teplot. Ve struktuře musí být tyto částice o stabilních rozměrech vyloučeny v dostatečném objemu a zároveň mít takovou velikost, která je stabilní vůči hrubnutí (např. u karbidů). [35, 36]



Obr. 18: Závislost aplikovaného napětí na teplotě,
(*applied stress* = aplikované napětí, *test temperature* = teplota při testu, *strain rate* = deformační rychlost)

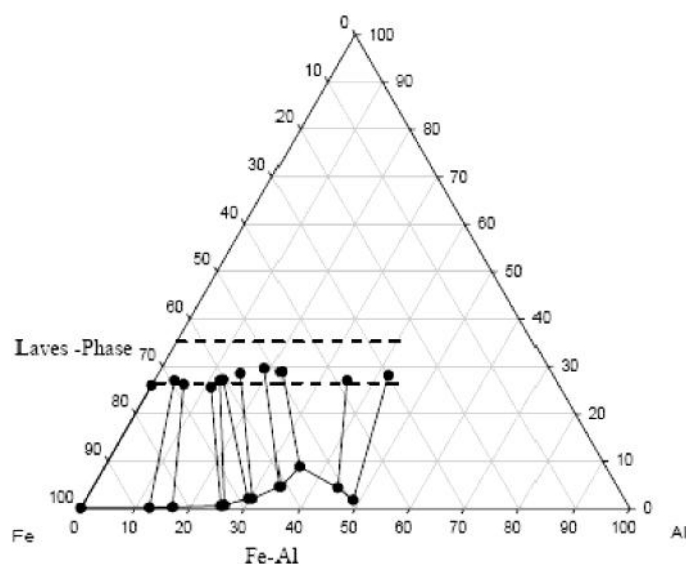
Pro snížení rychlosti creepu a zvýšení životnosti Fe₃Al se za zvýšených teplot osvědčila tvorba karbidů, např. NbC a TiC. Karbidy niobu jsou stabilní při teplotách okolo 1000 °C, což je z hlediska creepové stability mikrostruktury žádoucí, nicméně to také s sebou přináší komplikace. Za vysokých teplot je složité rozpustit do matrice dostatečné množství niobu, které je následně potřebné k vytvoření požadovaného objemu jemných precipitátů. [35]

Fáze Fe₃Al má velmi malou rozpustnost uhlíku při nízkých teplotách. Nadbytek uhlíku ve struktuře Fe₃Al vyvolává precipitaci jemných částic Fe₃AlC. Tyto částice se nejprve vylučují po hranicích zrn a poté uvnitř zrn. Množství Fe₃AlC, jež se vyloučí ve struktuře, je závislé na obsahu uhlíku. Přidáním uhlíku do struktury Fe₃Al je dosaženo precipitačního zpevnění. Na *obr. 19* jsou vyneseny hodnoty napětí a teploty při creepu pro jednotlivé materiály. [35]



Obr. 19: Porovnání pevnosti při creepu (1000 hod.) pro Fe_3Al , Fe_3Al s karbidy a vysokoteplotní oceli

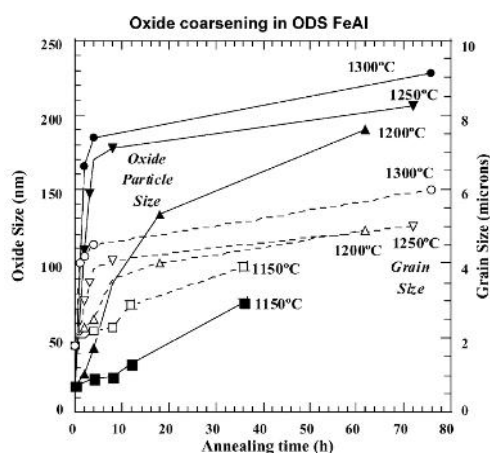
Další systém důležitý pro zvyšování mechanických vlastností je Fe–Al–Ta. V tomto systému existuje rovnováha mezi fázemi Fe_3Al , FeAl a Lavesovou fází. Lavesova fáze je $\text{Ta}(\text{Fe},\text{Al})_2$ a krystalizuje v hexagonální struktuře C14. Podle fázového diagramu se obsah hliníku v FeAl a v Lavesově fázi mění v rozmezí od 0 do 50 at.%, viz obr. 20, [2]. Slitiny ze systému Fe–Al–Ta, které jsou bohaté na železo a které mají vyprecipitované Lavesovy fáze v Fe–Al matici, jsou užitečné pro vysokoteplotní aplikace. U takovýchto slitin lze kontrolovat strukturu množstvím hliníku. Pro účinné zpevnění slitin v systému Fe–Al–Ta je potřebné přibližně 25 at.% Al. Ohřeje-li se jejich struktura na teplotu okolo 800 °C, dojde k precipitaci fáze Ta_2FeAl . Fáze Ta_2FeAl má krystalovou strukturu L21. Je-li tato fáze přítomna ve struktuře v podobě jemně vyloučených částíček, vykazuje slitina lepší odolnost vůči creepu. Rozpustnost Lavesových fází je větší než u karbidů nebo oxidů a zároveň mohou oproti nim ve struktuře existovat s většími rozměry. Stabilita Lavesových fází je dobrá. Jejich hrubnutí je kontrolováno difúzí kovů (Ta, Nb a W). [2]



Obr. 20: Isotermická oblast diagramu systému Fe–Al–Ta při teplotě 800 °C, oblast výskytu Lavesových fází jsou vyznačeny v části bohaté na železo

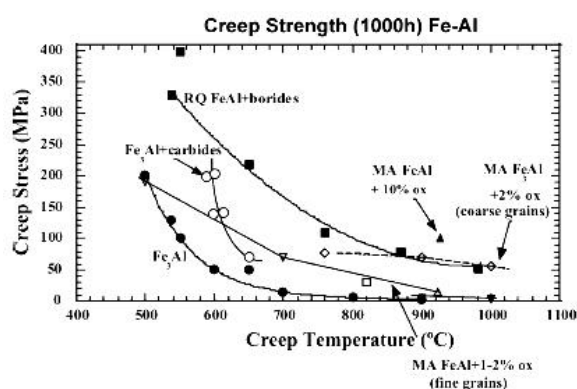
Pro účinné zpevnění aluminidů jsou používány také intermetalické precipitáty a stabilní oxidy. U intermetalik jsou využívány hlavně sloučeniny $\text{Fe}_6\text{Al}_6\text{Zr}$ a Fe_2AlNb , které vznikají ve struktuře přidáním určitého množství zirkonia či niobu. Intermetalika $\text{Fe}_6\text{Al}_6\text{Zr}$ se při vysokých teplotách nerozpouští, ale naopak vytváří hrubé částice. Fáze Fe_2AlNb vzniká precipitací a při teplotách okolo 600°C hrubne. Pro nízkoteplotní aplikace, kdy dochází ke zpevnění materiálu, je tedy vhodnější fáze Fe_2AlNb . U vysokoteplotních aplikací jsou doporučovány intermetalika $\text{Fe}_6\text{Al}_6\text{Zr}$. [30, 35]

Tvorba vysoce stabilních oxidů je spjata s částicemi Y_2O_3 , které se dají do struktury vnést mechanickým legováním. Tyto oxidy nehrubnou při krátkých výdržích až do 1100°C . S delšími výdržemi na teplotách vyšších než 1100°C dochází k jejich hrubnutí. Pro názornější ukázkou jsou zde uvedeny dvě závislosti oxidických částic (obr. 21, [30]) spolu s dalšími částicemi (obr. 22, [30]). [30, 35]



Obr. 21: Hrubnutí oxidů v ODS FeAl.
Závislost velikosti zrna a oxidů na době žhání

(oxide size = velikost oxidů, grain size = velikost zrn,
annealing time = doba žhání)



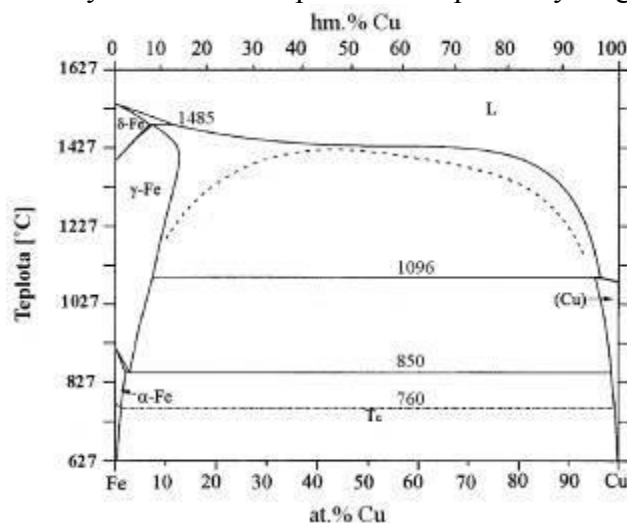
Obr. 22: Srovnání pevnosti při creepu (1000 hod.) pro různé slitiny Fe_3Al a pro FeAl zpevněné s karbidy, boridy a oxidy
(creep stress = napětí při creepu,
creep temperature = teplota při creepu,
fine = jemný, coarse = hrubý)

3.5 FeCu

3.5.1 Fázový diagram Fe–Cu

Ve fázovém diagramu Fe–Cu se vyskytují dvě peritektické a jedna eutektoidní reakce (viz obr. 23, [37]). Celý diagram je charakterizován změnou rozpustnosti obou složek soustavy. Levá část diagramu, jež leží u čistého železa, má přibližný tvar jako levá část diagramu Fe–Fe₃C. Oblast existence γ Fe je zúžená oproti diagramu Fe–Fe₃C. Železo s mědí nevytváří přes celé koncentrační rozhraní ani jednu intermediální fázi.

V soustavě Fe–Cu jsou stabilními fázemi: tavenina, tuhé roztoky na bázi δ Fe, γ Fe a α Fe, tuhý roztok na bázi mědi. Při teplotách nižších než $T = 600\text{ }^{\circ}\text{C}$ jsou již obě složky v sobě navzájem téměř nemísitelné. Dle [38] je při pokojové teplotě vzájemná rozpustnost okolo 3%. Tato hodnota je však tak malá, že ji lze zcela zanedbávat. Důvod této nerozpustnosti pochází z termodynamiky a je jím vysoká hodnota směšovací entalpie ($\Delta H = +13000\text{ J/mol}$ pro systém Fe–Cu o složení Fe:Cu = 50:50 at.%). [38] Za pokojové teploty existuje tedy železo s krychlovou prostorově středěnou mřížkou a čistá měď s krychlovou plošně středěnou mřížkou. Se vzrůstající teplotou dochází ke změně rozpustnosti po obou stranách diagramu. Rozšiřuje se oblast jak tuhého roztoku α Fe na jedné straně, tak i oblast tuhého roztoku mědi na straně druhé. Největší množství mědi, které lze rozpustit v α Fe, je 1,9 at.% při teplotě $T = 850\text{ }^{\circ}\text{C}$. Eutektoidní bod se nachází na teplotě $T = 850\text{ }^{\circ}\text{C}$ s koncentrací 2,7 at.% Cu. Nad tímto eutektoidním bodem je tuhý roztok γ Fe s mřížkou krychlovou plošně středěnou, celá oblast tohoto roztoku je ohraničena křivkou změny rozpustnosti mědi v železe. Přes větší část koncentračního rozmezí diagramu dochází ke vzniku tuhého roztoku železa a mědi v intervalu teplot 600–1096 $^{\circ}\text{C}$. V diagramu si lze povšimnout existence Curieho teploty ($T = 760\text{ }^{\circ}\text{C}$), při které dochází ke změně magnetických vlastností železa. V teplotním rozmezí od 1096 $^{\circ}\text{C}$ až do 1085 $^{\circ}\text{C}$ s koncentrací mědi od 95,4 at.% Cu do 100 at.% Cu dochází k peritektické reakci. Na teplotě $T = 1096\text{ }^{\circ}\text{C}$ s obsahem 96,5 at.% Cu se nachází peritektický bod. Pod peritektickou reakcí se nachází tuhý roztok mědi s FCC mříží. Další peritektická reakce systému Fe–Cu se vyskytuje na druhé straně diagramu v oblasti teplot 1538 $^{\circ}\text{C}$ až 1394 $^{\circ}\text{C}$ s koncentrací mědi od 0 at.% do 11,5 at.%. Peritektický bod této přeměny se nachází na teplotě $T = 1485\text{ }^{\circ}\text{C}$ s 7,2 at.% Cu. V koncentračním rozmezí zhruba od 0 at.% Cu do 6 at.% Cu existuje tuhý roztok δ Fe, jež má krychlovou prostorově středěnou mřížku. Na teplotách vyšších než $T = 1538\text{ }^{\circ}\text{C}$ je stabilní pouze kapalná fáze. V závislosti na chemickém složení soustavy se mění tato teplota tavení přes celý diagram.



Obr. 23: Diagram systému Fe–Cu

3.5.2 Slitiny FeCu

Slitiny na bázi FeCu jsou zajímavé svými vlastnostmi, které jsou přímo souvislé s obsahem mědi v jejich struktuře. Slitiny bohaté na měď vykazují vysokou pevnost a vysokou elektrickou vodivost. Tato vysoká pevnost bývá dosažena precipitačním vytvrzením anebo v poslední době častým disperzním zpevněním. Disperzní zpevnění se využívá u kompozitních materiálů složených z měděných částic a z železných nanočástic. Pokud je pro aplikaci vhodnější použití slitin bohatých na železo, je dosaženo jejich vlastností vytvrzením pomocí precipitace měděných částic. Atraktivnost slitin FeCu spočívá také v nižší nákupní ceně železa oproti jiným použitelným kovům (např. Ag, W nebo Nb). Navzdory těmto pozitivům mohou později nastat problémy s jejich recyklací. Odstranění mědi z roztavené vsázky není totiž vůbec jednoduché. [37, 38, 39, 40, 41, 42]

Podle obsahu mědi existují slitiny FeCu s rozdílnou krystalografickou mřížkou. Slitiny $\text{Fe}_x\text{Cu}_{1-x}$ mají FCC mřížku, jelikož z větší části obsahují měď (tedy $\text{Fe} < 60 \text{ at.}\%$). Naproti tomu mřížka BCC se vyskytuje u slitin s menším obsahem mědi (tj. $> 70 \text{ at.}\% \text{ Fe}$). [43, 44]

Tyto slitiny se používají jako materiály vhodné pro výrobu tlakových nádob reaktorů, nástřiků, povlaků či nanostruktur. Vrstvy CuFe jsou využívány k ochraně povrchů slitin mědi, protože mají vysokou abrazivzdornost a korozní odolnost. [45]

Příprava samotných slitin CuFe je náročná, neboť systém Fe–Cu má vysokou hodnotu směšovací entalpie. V současné době je ale možné vyrábět tyto tuhé roztoky přes celé koncentrační rozmezí různými metodami, jako například mechanickým legováním, žárovými nástřiky, katalýzami a izostatickým lisováním. [39, 43, 44, 45]

Cold spray se může jevit jako velmi zajímavá metoda tvorby povlaků na slitinách mědi. Povlaky vytvořené pomocí plasmu mívají do struktury vnesené větší množství pórů a mikrotrhlin. I když lze plasmou efektivně deponovat vrstvy z CuFe, vzniklé rozhraní mezi slitinou a substrátem je špatné. A to z důvodu špatného zpracování částic povlaku do substrátu. Další metody výroby, byť mohou vypadat lépe než plasma (např. laser), ve výsledku vedou také k vnášení trhlin do struktury nástřiku. [43, 45]

3.5.3 Rozpad slitin FeCu

3.5.3.1 Precipitace slitin bohatých na železo

Největší množství mědi, které lze rozpustit v αFe , je podle rovnovážného diagramu 1,9 at.% při teplotě $T = 850^\circ\text{C}$. Podle tohoto množství je možné rozdělit měděné precipitáty do dvou skupin. Jednu skupinu tvoří precipitáty s vyšším obsahem mědi ($> 1,9 \text{ at.}\%$). Tato skupina precipitátů je hlavně vyloučena po hranicích zrn železa. Druhá skupina je tvořena precipitáty s menším obsahem mědi ($< 1,9 \text{ at.}\%$). Tyto precipitáty se vyskytují uvnitř železných zrn. Vyprecipitované částice s nižším obsahem mědi se obvykle vyskytují v teplotním rozmezí od 400°C do 650°C . [41, 42, 43, 46]

3.5.3.2 Spinodální rozpad slitin bohatých na měď

Během rozpadu metastabilního feromagnetického tuhého roztoku FeCu s mřížkou FCC dochází ke spinodálnímu rozpadu na dvě fáze – na stabilní Fe s mřížkou BCC a na Cu s mřížkou FCC. Při spinodálním rozpadu vzniká také široká oblast, jež je charakteristická rozdílným magnetickým chováním. Výskyt spinodálního rozpadu byl potvrzen studii mikrostruktury, transmisní mikroskopií a dalšími metodami. [43]

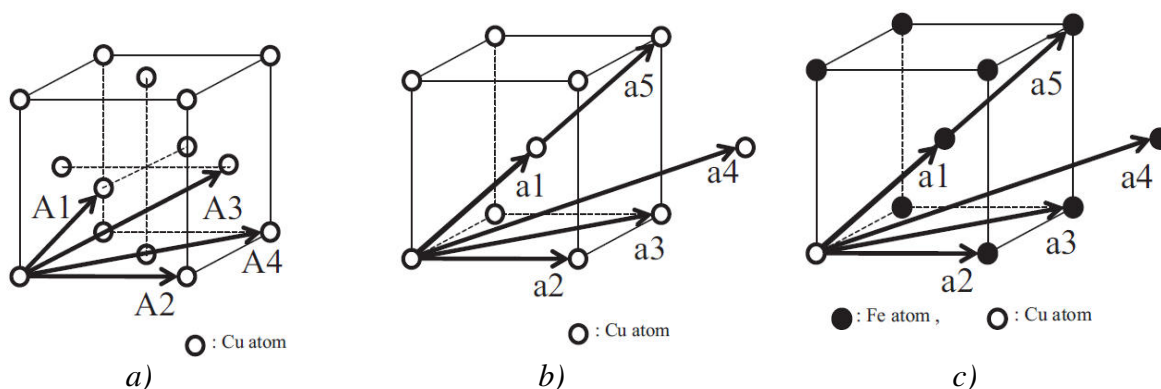
Vývoj struktury při rozpadu tuhého roztoku FeCu s FCC mřížkou je takový, že se nejprve tuhý roztok rozpadá na dvě fáze – na FeCu bohaté na železo a na CuFe fázi s vyšším obsahem Cu. Obě fáze si zachovávají počáteční mřížku FCC. U fáze FeCu s vyšším obsahem železa dochází k postupné přeměně na stabilní strukturu železa s mřížkou BCC. Přechodnou fází je zde fáze FeCu s FCC mřížkou. Druhá fáze CuFe bohatá na měď je ve struktuře postupně zbavována svého obsahu železa, a tím vznikají izolované atomy Fe v měděné matici. [43]

3.5.4 Vliv tepelného stárnutí na FeCu

Způsob odezvy slitin FeCu na ozařování ionizujícím zářením a tepelné stárnutí je v posledních letech velice zkoumán, jelikož tento materiál hraje důležitou roli v jaderné energetice (např. tlakové nádoby reaktorů). Neblahé následky na životnost materiálu způsobuje zkřehnutí, které může být zaviněno např. zvýšením transiční teploty v důsledku tvorby vysokého podílu malých precipitátů. [47, 48]

Předpokládá se, že měď má tři stádia precipitace ve slitinách FeCu, viz *obr. 24*, [47]:

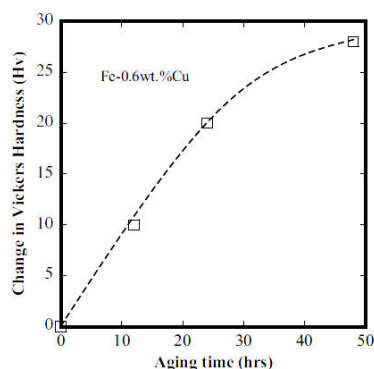
1. atom mědi je obklopen železem s BCC mřížkou (tuhý roztok),
2. měděné precipitáty mají BCC mřížku a
3. měděné precipitáty již existují s FCC mřížkou. [47, 48]



Obr. 24: Znárodnění stavby: a) Cu s FCC mřížkou, b) Cu s BCC mřížkou, c) atom Cu obklopený BCC strukturou železa

Při tepelném zpracování vzorků (Fe–0,6 hm.% Cu) na $T = 1046\text{ }^{\circ}\text{C}$ dochází k precipitaci měděných precipitátů. V důsledku koherentního růstu měděných precipitátů v železné matici, mají měděné precipitáty ze začátku mřížku BCC. Jakmile dosáhnou

precipitáty dostatečné velikosti, jejich BCC mřížka se postupně mění na FCC mřížku. Tato změna mřížky souvisí jak s dosažením dostatečného množství měděných atomů v precipitátech, tak také s rostoucí teplotou. [49] Zvýšením teploty anebo větší časovou prodlevou na dané teplotě lze ovlivnit růst precipitátů. V matrici vzorku spolu koexistují koherentní i nekoherentní precipitáty. Z obr. 25 je zřejmý vliv doby vytvrzení na tvrdosti HV. [47] Platí, že čím je větší doba vytvrzování, tím dochází k většímu nárůstu tvrdosti HV. Vytvrzování je spojené s existencí již zmiňovaných měděných precipitátů. [41, 47, 49]



Obr. 25: Změna tvrdosti HV na době vytvrzování Fe–0,6 hm.% Cu

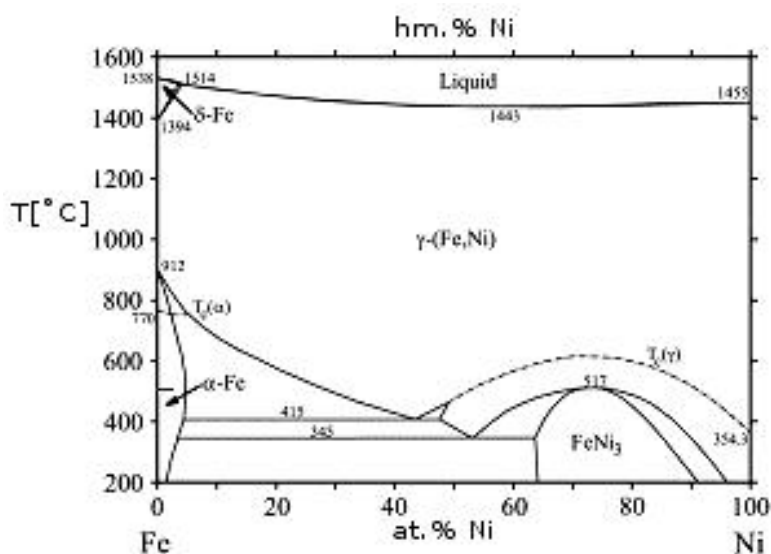
3.6 FeNi

3.6.1 Fázový diagram Fe–Ni

Fázový diagram Fe–Ni (viz obr. 26, [50]) je na rozdíl od ostatních předešlých diagramů (Fe–Al, Fe–Cu) značně složitý. Navzdory vysokému počtu bádání v oblasti existence nízkoteplotních fází do 300 °C, patří mezi jeho stále přetrvávající nedostatky jejich nepřesné stanovení. Problém v určení těchto fází spočívá v náročném dosažení rovnovážných teplot v nízkoteplotní oblasti. [50, 51]

V celém diagramu se dohromady nachází jedna peritektická a jedna eutektoidní reakce. Stabilními fázemi tohoto systému jsou: roztok na bázi α Fe, Fe_3Ni , FeNi, FeNi_3 , tuhý roztok $(\text{FeNi})_\gamma$, tuhý roztok na bázi δ Fe a tavenina. Uspořádanými fázemi s mřížkou plošně středěnou jsou Fe_3Ni ($L1_2$), FeNi ($L1_0$) a FeNi_3 ($L1_2$). Teplota tavení této soustavy se mění přes celý diagram v závislosti na koncentraci niklu v teplotním intervalu od 1538 °C až do 1455 °C. Nejvyšší teplota tání se nachází u čistého železa ($T = 1538$ °C). Od tohoto bodu se teplota tavení pomalu snižuje až na teplotu $T = 1425$ °C, poté dochází k mírnému nárůstu na teplotu $T = 1455$ °C, která je na straně čistého niklu. Hlavním rysem diagramu je oblast $(\text{FeNi})_\gamma$, jež se rozkládá přes celé koncentrační rozmezí. Tato oblast spolu s kapalnou fází vytváří velmi úzké rozmezí koexistence těchto dvou fází. Na pravé straně je fáze $(\text{FeNi})_\gamma$ oddělena od oblasti δ Fe existencí zóny dvou fází $(\text{FeNi})_\gamma + \delta$ Fe. Mezi kapalnou fází a δ Fe se opět nachází pásmo, v němž jsou obě tyto fáze v rovnováze. Peritektický bod má koncentraci mědi okolo 4,5 at.% a existuje na teplotě $T = 1514$ °C. Fáze δ Fe a α Fe mají mřížku prostorově středěnou a přiléhají k ose čistého železa. Z fáze $(\text{FeNi})_\gamma$ se vytváří fáze FeNi_3 kongruentně do ohraničené oblasti začínající okolo teploty $T = 517$ °C. Eutektoidní bod se vyskytuje na teplotě $T = 345$ °C s koncentrací 52 at.% Ni. [50]

V diagramu jsou zaznačeny dvě magnetické transformace. První magnetická transformace souvisí s Curieho teplotou a probíhá se snížením teploty v oblasti existence tuhých roztoků α Fe a $(\text{FeNi})_\gamma$ při teplotě $T = 770$ °C a s přibližným obsahem niklu od 4 at.% do 8 at.%. Magnetická transformace se zde týká pouze α Fe. S dalším snížením teploty dochází ke druhé změně magnetických vlastností související s Curieho teplotou niklu, kdy fáze $(\text{FeNi})_\gamma$ prodělává magnetickou transformaci (paramagnetikum \rightarrow feromagnetikum). Tvorba feromagnetické fáze $(\text{FeNi})_\gamma$ je naznačena křivkou nacházející se v rozmezí teplot přibližně od 361 °C do 612 °C. [50]



Obr. 26: Diagram systému Fe–Ni

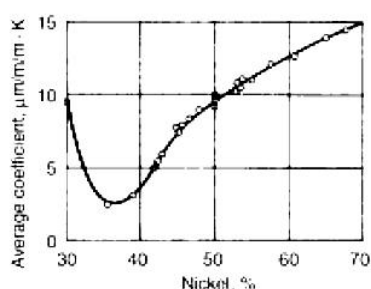
3.6.2 Slitiny Invar

Slitiny Invar jsou obvykle tvořeny převážně železem a niklem. Často bývají legovány dalšími prvky, jako jsou kupříkladu Cr, Cu a Mo. V Invarích je zastoupení železa a niklu v poměru Fe:Ni od 70:30 % do 40:60 %. Hlavním představitelem této skupiny je slitina obsahující 36 % Ni s menším množstvím legur (Mg, Si a C) pod 1 %. Typickými zástupci jsou slitiny Fe–Ni, Fe–Ni–Cr a Fe–Ni–Co. Po objevení Invar slitiny se uskutečnilo několik bádání, které se věnovaly teplotním a elastickým vlastnostem podobných slitin. Nynější oblast zkoumání Invar slitin se z větší části zaměřuje na jejich chování v magnetickém poli. [25, 50, 52, 53, 54, 55, 56]

Slitiny FeNi mají FCC krystalovou mřížku. Tyto slitiny vykazují nízký koeficient teplotní roztažnosti. Pro běžné změny teplot je jejich délka téměř neměnná. Normální slitiny mají hodnoty koeficientu teplotní roztažnosti při pokojové teplotě v rozmezí 5–25 $\mu\text{m/m}\cdot\text{K}$. Slitiny s velmi nízkou roztažností dosahují nižších hodnot koeficientu teplotní roztažnosti okolo 0–2 $\mu\text{m/m}\cdot\text{K}$. Jejich název (Invar) v podstatě vyjadřuje tuto neměnnost rozměrů. První objev invariantního chování je připisován panu Guillaumemu (rok 1898). [25, 50, 52, 53, 54, 55, 56]

Slitiny FeNi bohaté na železo vykazují případy anomálního chování. Mezi tyto případy patří magnetostrikce, jež zasahuje velký objem materiálu, dále závislost tlaku na magnetickém chování a na Curieho teplotě, ale také neobvyklá teplotní závislost elastických konstant. Případy anomálního chování byly zjištěny experimentálně a vyplynulo z nich, že v systému Fe–Ni existuje fázová nestabilita. [25, 51, 52, 53, 54, 55]

Minimální roztažnost slitiny je dosažena při 36 % Ni. Slitiny s menším obsahem niklu mají nižší koeficienty teplotní roztažnosti než slitiny s větším obsahem niklu. Pro názornou ukázkou je uvedena na *obr. 27* závislost koeficientu teplotní roztažnosti na obsahu niklu ve slitině. [25] Pro zmenšení roztažnosti slitin s vyšším obsahem niklu se osvědčilo legování hořčíkem nebo chrómem. Naopak u slitin s nižším obsahem niklu se provádí legování mědí, kobaltem či uhlíkem. Změnu Curieho teploty lze dosáhnout jednak pomocí změny v obsahu niklu, jednak pomocí různých legujících prvků. Koeficient teplotní roztažnosti pochází ze snahy vyrovnat rozdíly mezi teplotní roztažností a magnetostrikčními změnami, ke kterým dochází se změnou teploty. [25, 50, 56]



Obr. 27: Závislost průměrného teplotního koeficientu na obsahu niklu,
(average coefficient = průměrná hodnota koeficientu)

V mnoha praktických aplikacích lze nalézt kombinaci slitin s nízkou a s vysokou teplotní roztažností. Tato kombinace rozdílných teplotních roztažností zajišťuje potřebné pohyby, jež jsou důležité pro správnou funkci teplotních spínačů a teplotní regulace. Příkladem může být termostatický bimetalový pásek. [50, 56]

Známými zástupci slitin s invarovým jevem jsou:

- ✓ Fe–Ni–Cr: Elinvar,
- ✓ Fe–Ni–Co: Super–Invar a Kovar. [50, 56]

3.6.3 Magneticky měkké slitiny FeNi

Magneticky měkké slitiny mívají složení obvykle okolo 30 až 80 % Ni. Mezi legující prvky těchto slitin patří kobalt, molybden a chrom. Magneticky měkké slitiny dosahují:

- ✓ vysoké permeability,
- ✓ vysoké saturace magnetostrikce,
- ✓ nízkých hysterezních ztrát,
- ✓ nízké Curieho teploty,
- ✓ konstantní permeability při změnách teploty. [56]

Využití našly tedy v magnetickém stínění, elektromagnetických měničích, hlavách čteček v magnetických systémech, v elektronických přístrojích (motory, relé) a v komunikačních vybaveních. Většinou jsou vyráběny ve tvaru pásek nebo plátů. [50, 56, 57]

Používané slitiny jsou děleny do dvou kategorií podle obsahu niklu:

- ✓ s vysokým obsahem niklu – okolo 79 % Ni
- ✓ s nízkým obsahem niklu – okolo 45 – 50 % Ni

Slitiny s vysokým obsahem niklu jsou charakteristické vysokými hodnotami počáteční a maximální permeability. Mají velmi nízké hysterezní ztráty. Typickými zástupci mohou být slitiny 80Ni–4(5)Mo–Fe označované jako MolyPermalloys, nebo 77Ni–5Cu–2Cr–Fe nazývané MuMetalls. Použití legur v FeNi slitinách má za následek zvýraznění určitých magnetických vlastností. Magnetické vlastnosti jsou ovlivněny výrobou a tepelným zpracováním. U těchto slitin se požaduje vysoká čistota, která se dosahuje speciálními tavicími procedurami. [50, 56]

Slitiny s nízkým obsahem niklu vykazují naopak nízké hodnoty počáteční a maximální permeability. Magnetické vlastnosti souvisí s tloušťkou vyrobeného pásku a s dosaženou čistotou. Tyto magnetické vlastnosti se mění lineárně s teplotou. [50, 56]

3.6.3.1 Zvýšení mechanických vlastností FeNi slitin

Slitiny Invar mají relativně nízkou pevnost (okolo 250 MPa). Zvýšení mechanických vlastností lze docílit přidáním legujících prvků, díky kterým dojde k vytvrzení. Takovými legujícími prvky jsou kupříkladu titan, hliník a cín. Mez pevnosti v tahu po vytvrzení se může zvýšit až na 1100 MPa. Nevýhodou legujících prvků je to, že negativně ovlivňují koeficienty teplotní roztažnosti. [57, 58]

Důležité je tedy získat vyšší pevnost bez ovlivnění teplotního koeficientu. Pro tyto případy se využívá vysoké plastické deformace (SPD), při které dochází ke zmenšení velikosti zrn. Struktura slitiny pak může být tvořena velmi jemnými zrny (UFG). Použitelnou metodou je ECAP, kdy lze dosáhnout zvýšení pevnosti z 300 MPa až na 800 MPa. [57, 58, 59]

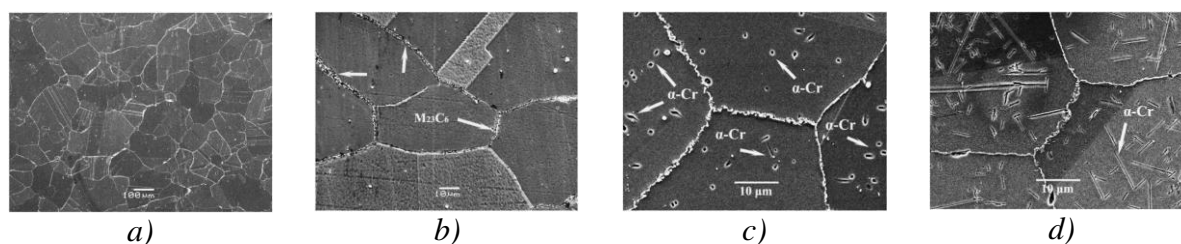
Magneticky měkké slitiny mívají problémy s nedostatečnou korozní odolností a tvrdostí. Jedním z možných a ekonomicky dostupnějších řešení je úprava chemického složení. Nicméně tímto řešením ale dochází ke snížení magnetických vlastností. Vhodnou kombinací množství chromu, titanu a způsobu výroby je možné získat slitinu, u které nedochází k poklesu magnetických vlastností a zároveň u které dojde k posílení mechanické vlastnosti spolu s korozní odolností. [57]

3.6.4 Rozpad slitin NiFe

3.6.4.1 Tepelné stárnutí slitiny Ni–Fe

Během tepelného stárnutí dochází u NiFe slitin k precipitačnímu zpevnění. Pokud se ve struktuře slitin NiFe nachází uhlík a další legující prvky, dochází k vyvázání uhlíku těmito legujícími prvky. Aby bylo dosaženo žádoucího precipitačního zpevnění, používají se často legury s vysokou afinitou k uhlíku (např. V, Ti, Zr, Nb a Ta). [55, 60, 61]

Na obr. 28 jsou uvedeny snímky mikrostruktur vzorků podrobených tepelnému stárnutí a tepelné expozici. [60] Ve struktuře vzorků se po tepelném stárnutí vyskytovaly homogenně rozptýlené koherentní precipitáty v matrici, dále se po hranicích zrn nacházely karbidy typu $M_{23}C_6$ (viz obr. 28 a), b)). Vzorkům vystavených tepelné expozici ve struktuře vznikly karbidy $M_{23}C_6$ spolu s precipitáty. Na rozdíl od mikrostruktury tepelně vystárnutých vzorků došlo k náhodnému vyprecipitování částic α -Cr uvnitř zrn. [60]

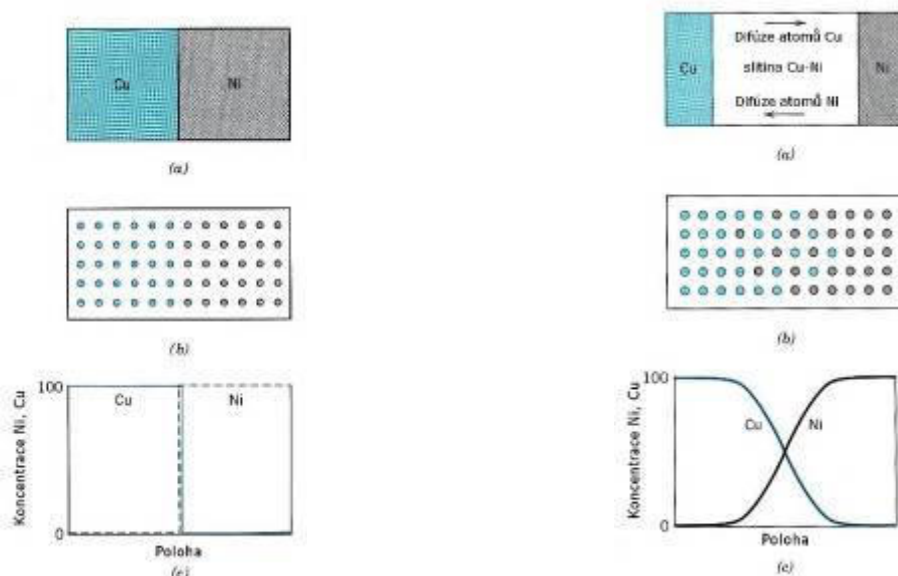


Obr. 28: Mikrostruktura slitiny Ni–(20–30) hm.% Fe–(18–25) hm.% Cr–(3–7) hm.% Ti + Al:
a) a b) po tepelném stárnutí, c) po tepelné expozici na 700 °C po dobu 1000 hod,
d) po tepelné expozici na 700 °C po dobu 7000 hod.

3.7 Difúze

V praxi se vyskytuje mnoho případů, ve kterých probíhá difúze atomů. Tato difúze může být v některých případech žádoucí a záměrná, v některých případech zcela nežádoucí. Záměrné využití difúze je často důležitým prvkem během zpracování materiálů. Příkladem záměrného použití difúze jsou cementační a nitridační pochody. Naopak příkladem zcela nežádoucí difúze je oduhličení nástrojových ocelí při vysokoteplotním zpracování. Difúzí se rozumí přesun částic hmoty (atomů, molekul, iontů) v důsledku nahodilých pohybů atomů v pevných, plynných či kapalných látkách. Během těchto pohybů se částice hmoty přesouvají z míst s jejich vyšší koncentrací do míst s jejich nižší koncentrací tak dlouho, dokud není vyrovnáno jejich množství na obou místech. Hnací síla difúze spočívá ve snaze snížit Gibbsovu energii daného systému a je rovna gradientu parciální molární Gibbsovy energie difundujících atomů, tedy gradientu chemického potenciálu. [8, 12, 13, 62]

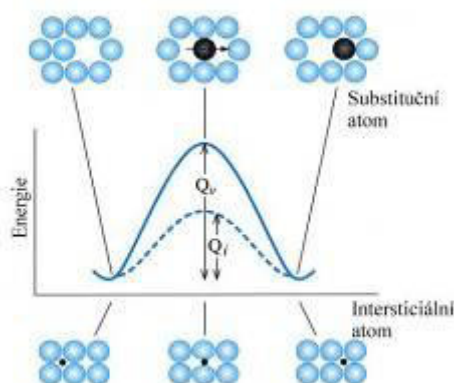
Názorný příklad difúze lze ukázat na dvou kusech různých kovů (viz *obr. 29*, [13]). Povrchy těchto dvou kovů musí být spojeny k sobě na vzdálenost velikosti parametru mřížky. Po spojení jsou tyto kusy kovů ohřáté na teplotu, jež je nižší než teplota tavení obou kovů. Takto spojené a zahřáté kusy kovů musí být na této teplotě ponechány na delší dobu. [13]



Obr. 29: Levý obrázek popisuje stav před začátkem difúze, pravý obrázek popisuje stav po difúzi: a) spojení dvou kovů, b) atomové znázornění situace, c) koncentrace jednotlivých prvků na poloze.

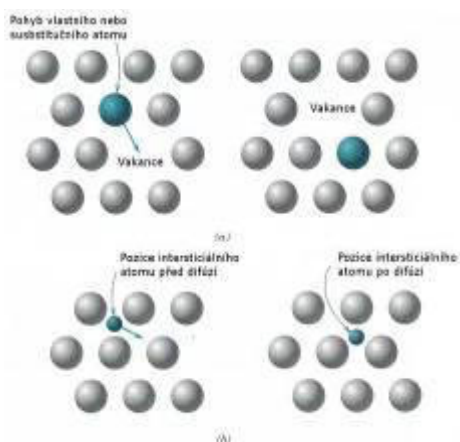
3.7.1 Mechanismus difúze

Difúze se uskutečňuje postupným přemísťováním atomů z jednoho místa mřížky na druhé. Během přemístění musí difundující atom proniknout mezi okolní atomy. Na *obr. 30* je tato situace znázorněna. [12] Atom zde migruje z relativně stabilní polohy do nového místa, přičemž musí překonat energetickou bariéru. Atom je schopný difúze tehdy, když jsou splněny dvě základní podmínky. První podmínka hovoří o prázdném místě ve vedlejším uzlovém bodě nebo intersticiální poloze, druhá zase o dostatečné energii atomu, o tzv. aktivační energii. Energie atomu musí být tak velká, aby atom mohl překonat vazebné síly svých sousedů, a také aby mohl následně překonat vzniklou distorzi mřížky během jeho přemístění. Z celého množství atomů je na dané teplotě schopna difúze pouze jejich malá část, jež se s narůstající teplotou zvyšuje. [12, 13]



Obr. 30: Pro migraci atomů je potřeba dostatečné energie = aktivační energie. Obecně je nutná větší aktivační energie pro substituční atom než pro intersticiální.

Pevné látky obsahují ve své struktuře mnoho defektů a difúze probíhá díky některým z nich snadněji. Jedněmi z těchto defektů jsou vakance. Tyto vakance spolu s materiálem vytváří neuspořádaný systém, v němž napomáhají ke snížení volné energie. Atomy se mohou v materiálu s vakancemi pohybovat z jedné mřížkové pozice do druhé. Kromě vakancí se v materiálech objevují také cizí intersticiální atomy. Existují tedy celkem dva důležité dominantní mechanismy difúze – vakantní a intersticiální. Ukázka těchto mechanismů je na *obr. 31*, [13]. [12, 13]



Obr. 31: Mechanismy difúze: a) vakantní difúze, b) intersticiální difúze

3.7.1.1 Vakantní difúze

Vakance je neobsazené místo v krystalové mřížce. Během vakantní difúze atom opouští své původní místo v mřížce a migruje do nedaleké vakantní polohy. Tímto dojde k zaplnění vakantního místa a zároveň k vytvoření nového. Během difúze proudí atomy v jednom směru a vakance v opačném. Vakantní difúze je závislá na teplotě a na množství volných míst. Při zvýšených teplotách je obvykle v pevných látkách dosaženo velkého množství vakancí. [12, 13]

3.7.1.2 Intersticiální difúze

Intersticiemi jsou nazývána místa v krystalové mřížce, jež se nachází mimo obvyklé polohy atomů. Během intersticiální difúze atomy difundují z jednoho intersticiálního místa do vedlejšího. Je tedy nutné, aby tyto atomy byly dostatečně malé – C, O, H, B a N. Z důvodu jejich velikosti jsou oproti substitučním atomům pohyblivější. Intersticiální difúze je mnohem snadnější než vakantní a dochází k ní s větší pravděpodobností. Toto je zapříčiněno také tím, že je aktivační energie intersticiálních atomů menší než u substitučních atomů, a také tím že existuje mnohem více intersticiálních míst než vakantních. [12, 13]

3.7.2 První Fickův zákon

První Fickův zákon byl stanoven Adolfem Eugenem Fickem v roce 1855. Tehdy byl prvním vědcem, který dokázal kvantitativně popsat difúzní proces. První Fickův zákon platí pro případ stacionární difúze, což znamená, že difúzní tok je lineárně úměrný lokální změně koncentračního spádu. [12, 13, 63, 64]

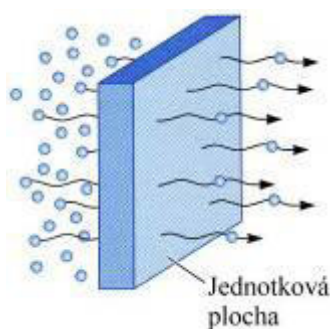
Atomy v materiálu difundují rychlostí, jež může být změřena tokem J (viz *obr. 32*). Tento tok vyjadřuje počet atomů procházejících kolmo skrz jednotku plochy za jednotku času. Koncentrační profil se získává vynesemím jednotlivých bodů polohy x k hodnotám koncentrace, viz *obr. 33*. [13] Koncentrační gradient je možné zjistit ze sklonu přímky tohoto koncentračního profilu v určitém bodě a vyjadřuje změnu složení materiálu v závislosti na poloze bodu. [12, 13, 63]

První Fickův zákon pro jednodimensionální systém má tvar (*rov. 1*), [13]:

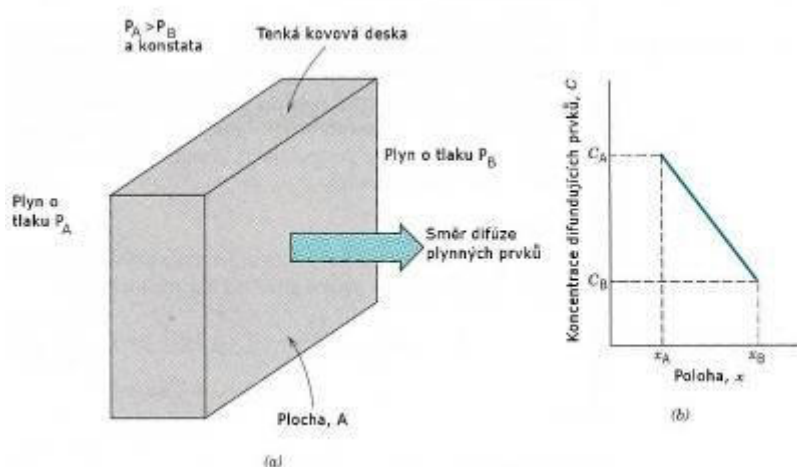
Rov. 1:

$$J = -D \left(\frac{\partial C}{\partial x} \right)$$

Difúzní koeficient se značí D [cm^2/s] a koncentrační gradient $\partial C/\partial x$ [atomy/ $(\text{cm}^3 \cdot \text{cm})$] nebo [$\text{mol}/(\text{m}^3 \cdot \text{m})$]. Záporné znaménko v rovnici vyjadřuje fakt, že difúze probíhá směrem z oblasti s vyšší koncentrací do oblasti s nižší koncentrací. Termodynamická síla, která řídí stacionární difúzi, je rovna gradientu chemického potenciálu. [12, 13]



Obr. 32: Názorná ukázka difúzního toku, tj. počtu atomů procházejících plochou o jednotkové ploše



Obr. 33: Znázornění a vysvětlení difúze, uvedení příkladu koncentračního profilu

3.7.3 Druhý Fickův zákon

V praktických situacích dochází k případům, v nichž nastává nestacionární difúze. Tedy v případech, v nichž se koncentrace difundujícího prvku mění s polohou a s časem. K určení velikosti této difúze slouží druhý Fickův zákon, jenž byl získán z prvního Fickova zákona a ze zákona o zachování hmoty. Formulace druhého Fickova zákona je na *obr. 34*, [12], [12, 13]

Druhý Fickův zákon pro jednodimensionální systém zní (*rov. 2*), [13]:

Rov. 2:

$$\frac{\partial C}{\partial t} = -\frac{\partial J}{\partial x} = \frac{\partial}{\partial x} \left(D \frac{\partial C}{\partial x} \right)$$

Pokud by koeficient difúze D nebyl závislý na poloze x a koncentraci c difundujících prvků, lze daný vztah zjednodušit na (*rov. 3*), [12]:

Rov. 3:

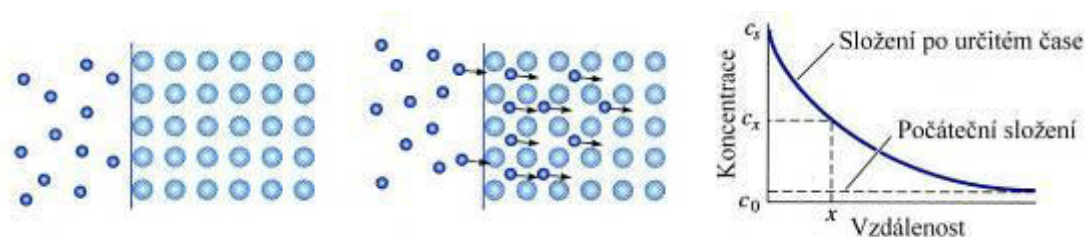
$$\frac{\partial c}{\partial t} = D \left(\frac{\partial^2 c}{\partial x^2} \right)$$

Řešení rovnice závisí na okrajových podmínkách pro danou konkrétní situaci. Jedno řešení je (*rov. 4*) [12]:

Rov. 4:

$$\frac{c_s - c_x}{c_s - c_0} = \operatorname{erf} \left(\frac{x}{2\sqrt{Dt}} \right)$$

Konstantní koncentrace difundujících atomů na ploše materiálu je c_s , počáteční rovnoměrná koncentrace difundujících atomů v materiálu je c_0 a koncentrace difundujících atomů v poloze x pod plochou po určitém čase t je c_x . [12, 13]



Obr. 34: Ukázka difundujících atomů do povrchu materiálu pro příklad druhého Fickova zákona

3.8 Kirkendallův jev

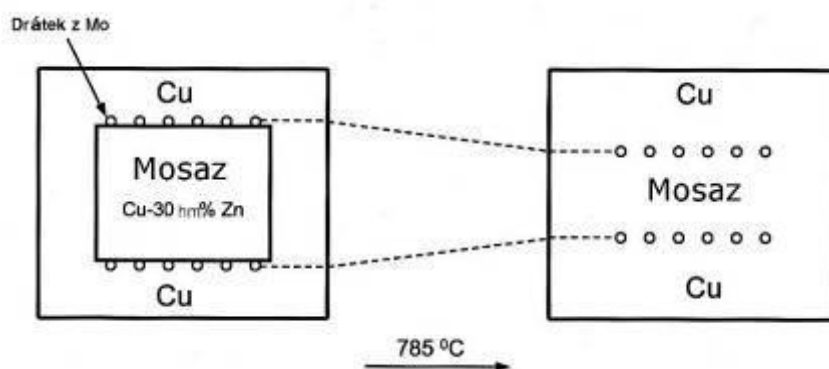
První zmínka o interdifúzi byla uskutečněna v roce 1896 Williamem Roberts-Austenem, který se tehdy zajímal o spojení dvou kovů – zlata a olova. Poté až do roku 1947 nebyla v akademické obci difúze mezi dvěma různými kovy předmětem soustředěného studia. Teprve tehdy se o ni začal zajímat americký vědec Ernest Kirkendall. Dokázal, že difúze v pevných látkách probíhá převážně vakantním mechanismem. Do té doby totiž vědci zastávali názor, že difuzivita všech prvků jsou stejné a že difúze probíhá pouze přímou výměnnou míst atomů anebo kruhovým mechanismem. Dále si mysleli, že množství vakancí v materiálu je velmi malé a že jsou tedy během difúze nedůležité. Pokud dojde v materiálu k interdifúzi, druhý Fickův zákon postrádá platnost. [12, 63, 64, 65]

V experimentu provedeném Smigelskasem a Kirkendallem bylo použito obdélníkové tyče z α -mosazi (70 hm.% Cu a 30 hm.% Zn) a molybdenového drátku, jenž byl k dané soustavě inertní. Na začátku experimentu byl kus měděného hranolu vybroušen a vyleštěn. Dále byl na hranol namotán molybdenový drátek, jenž plnil funkci značení rozhraní mezi mosazí a mědí. Pak byla na celý vzorek elektrolyticky nanesena vrstva mědi. Schematické znázornění tohoto pokusu je na obr. 35. [65] Žihání vzorků proběhlo na teplotě 785 °C s různě dlouhými výdržemi. [63, 64, 65]

Pro každý vzorek byla změřena vzájemná vzdálenost drátků a následně porovnána s délkou výdrže. Z pozorování vyplynulo, že se vzrůstajícím časem se vzdálenost molybdenových značek snižuje. Pokud by ale měď i zinek difundovaly stejnou rychlostí, se stejnými difuzními koeficienty a kdyby při tom nedocházelo ke změně objemu, zůstaly by molybdenové značky na původních místech. [63, 64, 65]

Tímto pokusem byly získány dva závěry. První byl ten, že zinek v porovnání s mědí dosáhl větší rychlosti difúze v α -mosazi. Druhý byl takový, že pro částečné vyrovnání rozdílných rychlostí došlo k posunutí fázového rozhraní. Díky těmto závěrům byl zaveden interdifúzní koeficient, který stanovuje difuzivitu obou prvků. [63, 64, 65]

V praxi probíhá interdifúze například ve spojích hliníku a zlata za zvýšených teplot. V těchto podmínkách atomy hliníku difundují do zlata mnohem rychleji než atomy zlata do hliníku. Původní rozhraní hliníku a zlata se posléze začne posouvat ke straně hliníku. Celá situace je negativní a způsobuje značné problémy. Spojení hliníku a zlata se používá v malých obvodech. Jakmile začne obvod pracovat, vytvoří se póry ze shluků vakancí a zvětšují se. Po určitém čase jsou tyto póry již tak velké, že dojde k přerušení obvodu. Záměrné využití Kirkendallova jevu je v mnoha aplikacích vhodné u nanotechnologií. [12, 63]



Obr. 35: Schematická ukázka Kirkendallova pokusu

3.9 Metody přípravy intermetalických materiálů

Pro využití speciálních vlastností intermetalických sloučenin a jejich následné aplikace je důležité zvolit vhodnou metodu jejich přípravy. Tato metoda musí být mimo jiné přijatelná také z ekonomického hlediska. Výroba intermetalických materiálů může probíhat jak odléváním, tak s pomocí práškové metalurgie. Při tavení může dojít k problému tehdy, mají-li čisté složky velmi rozdílné teploty tavení. U práškové metalurgie nastávají komplikace spojené s porezitou a se špatně kontrolovatelnou exotermní reakcí ve finálním výrobku. Efektivním způsobem zhutňování práškové směsi v práškové metalurgii může být například slinování. Naopak pro kompozitní materiály s intermetalickou maticí je vhodné použití vstřikování či extruze. Technikami vhodnými pro výrobu intermetalik může být lisování za tepla, vakuové lisování za tepla a izostatické lisování za tepla. Každá z těchto metod má své výhody a nevýhody. V následujících podkapitolách budou popsány jednotlivé možnosti výroby intermetalických materiálů. [5, 66]

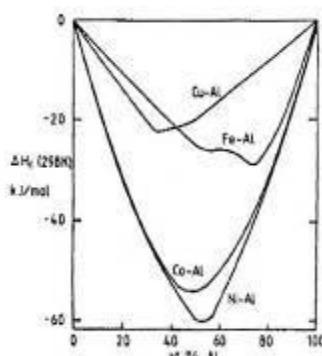
3.9.1 Tavení směsí

U této metody je nutné mít na paměti několik faktů, které hrají roli při samotném tavení intermetalik. Prvním faktem je možnost vysokého rozdílu teplot tavení mezi jednotlivými složkami směsi. Dále při samotné reakci prvků může docházet k exotermní reakci. Jiná potíž se ještě skrývá v teplotě tavení intermetalické sloučeniny, jež může být značně vyšší než teplota tavení jednotlivých složek, z nichž je tvořena (např. Ni_3Al). Další problém spočívá většinou v reaktivnosti prvků ve směsi. [5]

Zvýšené požadavky pro tavení směsí jsou také kladené na vybavení a na výrobní parametry. U potřebného vybavení je nutné brát ohled na široké rozmezí všech možných vyskytujících se parametrů, počínaje od pecní vyzdívky, přes pecní atmosféru až po kontrolu uhlíku, dusíku a síry. [5]

Pokud dochází k exotermním reakcím během výroby, je možné tuto reakci využít pro úsporu energie a času jinak potřebných k roztavení dané směsi. Pro názornou ukázkou jsou na obr. 36 znázorněny exotermní reakce některých aluminidů. [5] Exotermní reakce s sebou mimo jiné přináší úskalí během výroby, ke kterým dojde tehdy, když je tato reakce opomenuta anebo když je špatně použita. Nastane-li tato situace, může se najednou teplota roztaveného kovu vyšplhat až o několik stovek stupňů výš. Takovéto zvýšení teploty se může projevit pomalejším ochlazováním kovu, a tím pádem i nežádoucí oxidací prvků obsažených v tavenině. [5]

Lepších vlastností materiálu lze dosáhnout tehdy, když se tavení provádí pod ochrannou atmosférou (Ar). Ochranná atmosféra zamezuje oxidaci a vzniku oxidických vrstev na povrchu roztaveného kovu. [5]



Obr. 36: Rozsah exotermních reakcí v binárních systémech hliníku a Fe, Co, Ni a Cu

3.9.2 Odlévání

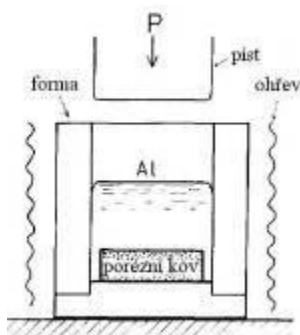
Primárním požadavkem pro odlévání intermetalik je schopnost kontrolovat obsah jednotlivých prvků v roztavené směsi. Podle reaktivnosti daných komponent v intermetalických sloučeninách lze použít větší, či menší počet způsobů odlévání. Těmito způsoby mohou být vakuové indukční tavení a squeeze casting. [5]

Během odlévání intermetalik může docházet k oxidaci a ke tvorbě strusky. Již při krátkém vystavení aluminidů kyslíku během odlévání může vzniknout na jejich povrchu vrstva Al_2O_3 . [5]

3.9.3 Využití squeeze castingu pro reaktivní infiltraci taveniny

Squeeze casting se řadí mezi lící metody využívající tlakové lití (viz obr. 37, [69]). První krok této metody spočívá ve vytvoření porézního tělesa o předem určené hustotě. Takto vzniklý porézní materiál je zahřát a vložen do předehřáté formy, do které je následně vléván roztavený kov. Celý obsah formy je stlačen pístem pomocí vysokého tlaku (např. 50 MPa). Roztavený kov začne penetrovat do pórů a za krátkou dobu ztuhne. Tímto způsobem vznikne intermetalická sloučenina. Pokud by nedošlo k patřičné vzájemné reakci v tomto stavu, lze takový problém vyřešit dodatečným difúzním žháním v tuhém stavu. [67, 68, 69]

Pouhá technologie squeeze casting se rovněž používá pro výrobu aluminidů. [68, 69]



Obr. 37: Schéma metody squeeze casting s využitím reaktivní infiltrace taveniny

3.9.4 Prášková metalurgie

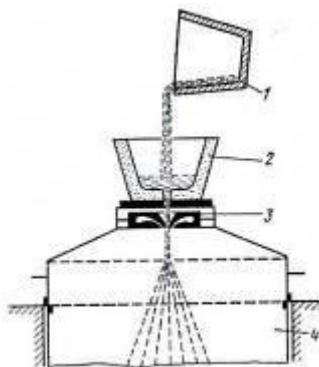
Velká výhoda práškové metalurgie spočívá ve zhotovení výrobku, u kterého je dosaženo minimálního počtu obráběcích operací anebo zabráněno vnesení dalších deformací. U litých intermetalik vznikají problémy související s nesnadnou kontrolou velikosti zrn a segregací. Prášková metalurgie tyto problémy dokáže odstranit a současně i s tím nabízí velkou flexibilitu skrz výrobu a zhutnění prášku. Mikrostruktura výrobku vyrobeného práškovou metalurgií se dá snadno kontrolovat pomocí velikosti a vlastností prášků, a pomocí výrobního cyklu. Prášky je možné připravit plynou atomizací, reaktivní syntézou, centrifugální atomizací a mechanickým legováním. Zhutňování prášků lze provést s využitím slinování, lisování za horka, protlačování za tepla, izostatického lisování za tepla a také stříkáním. Tyto všechny metody nabízejí kontrolu mikrostruktury, tvaru, složení a výrobních nákladů. [5, 66]

Nedosahují-li intermetalické sloučeniny vhodnou kombinací houževnatosti, pevnosti, tuhosti a odolnosti vůči oxidaci, vytváří se kompozitní materiály s intermetalickou maticí. Tyto kompozity lze rovněž vyrobit pomocí práškové metalurgie. Tímto směrem se třeba ubírají kompozity s maticí tvořenou aluminidy niklu a titanu. [5, 66]

3.9.4.1 Atomizace v inertním plynu

Při atomizaci se vytváří částice prášku z roztaveného kovu. Proud tekutého kovu je rozptýlen pomocí expanze plynu o vysoké rychlosti na výstupu trysky. Tuhnutí kapek kovu probíhá během průletu skrz sběrnou komoru. Teplota lázně, viskozita, povrchové napětí a podmínky ochlazování se odráží v disperzitě, tvaru a struktuře částic. Většího podílu jemných částic prášku lze docílit vyšší teplotou a větším mechanickým působením. Touto metodou jsou získány prášky o vysoké kvalitě. Během atomizace se využívá inertních plynů. Nejčastěji jsou jimi hélium a argon. Na *obr. 38*, [66] je schematicky nakresleno zařízení pro stříkání prášků. [5, 66]

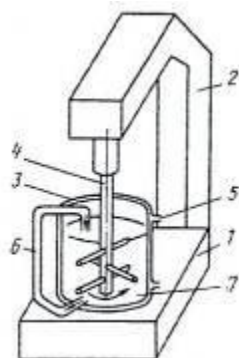
Tento způsob je vhodný pro výrobu intermetalik s nižší teplotou tavení. [5, 66]



Obr. 38: Schéma zařízení pro stříkání prášků: 1-pánev s taveninou, 2-keramická výlevka, 3-tryska, 4-chladicí nádoba.

3.9.4.2 Mletí prášku

Mletí prášků spočívá v působení kinetické energie na jednotlivé částice, které se zpevňují až do úplného vyčerpání plastických vlastností. Křehké mikrotrhliny a makrotrhliny vznikají tehdy, je-li dosaženo kritických hodnot v koncentraci poruch a ve zvýšení vnitřní energie. Disperznost mletého polotovaru se zvyšuje během celého procesu. Metody mletí prášků jsou používány většinou u křehkých slitin. Kromě tohoto slouží u výroby legovaných prášků během mechanického legování. Pro zintenzivnění mletí se používají attritory, v nichž se mletí uskutečňuje mokrou vsázkou s drobnými kuličkami. Jednoduché schéma attritoru je znázorněno na obr. 39, [66]. [5, 66]



Obr. 39: Schéma attritoru: 1-základ, 2-stojan, 3-mlecí válec, 4-hřídel míchání, 5-chladicí voda, 6-oběh mlecí kapaliny, 7-mlecí kuličky, vsázka a kapalina

3.9.4.3 Mechanické legování (mechanical alloying – MA)

Mechanické legování probíhá mechanickým promícháváním směsi prášků s použitím kuliček či jiných tělísek o vysoké energii. Částice prášku jsou tímto procesem vystaveny opakujícím se deformacím ve formě srážek. Na začátku procesu jsou prášky smíchány ve stechiometrickém poměru. Za mechanismus tvorby fází je považována interdifúzní reakce částic během mletí. Metastabilní fáze vznikají tehdy, když je tvorba stabilních fází dostatečně potlačena podmínkami mletí. Homogenizace během mletí je časově náročná. V jejím průběhu jsou částice prášků převedeny do legované formy. [5, 39, 49, 70]

Tato metoda se používá pro výrobu metastabilních materiálů a intermetalik zpevněných disperzí oxidů. Intermetalické prášky lze získat v podobě amorfní, nanokrystalické nebo úplně uspořádané fáze. Mezi výhody mechanického legování patří nízké pracovní teploty (oproti např. naprašování), snadná kontrola složení a relativně levné vybavení. Mechanické legování je citlivé na kontaminaci. [5, 39, 49, 70]

3.9.4.4 Techniky zhutňování

Základ při výrobě těles z prášků tvoří zhutňování a eliminace zbytkové porezity. Intermetalika jsou zpravidla křehkými materiály, čímž vyplývá jejich nevhodnost pro výrobu technologiemi, u nichž je materiál zpevněn za studena. Doporučení kladené pro zhutňování intermetalik tedy spočívají pokud možno ve využívání výrobních technologií probíhajících za vyšších teplot. [5]

Pro získání vysoké hustoty u intermetalik jsou důležité tři kritéria. První kritérium splňuje většina intermetalických materiálů. Je nutné, aby s nárůstem teploty docházelo k poklesu zpevnění. Druhé kritérium je takové, že se zvýšením teploty má být dosaženo větší

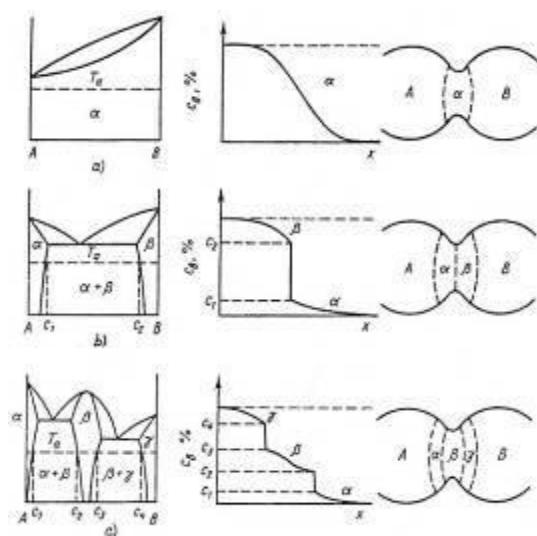
houževnatosti. Poslední třetí kritérium spočívá v poklesu meze pevnosti se vzrůstající teplotou. Tyto kritéria potvrzují fakt, že vysoké teploty napomáhají zhutnění intermetalických prášků, neboť tehdy vykazují zvýšenou zpracovatelnost. Výběr technologie zhutňování intermetalických prášků musí zahrnovat vhodné použití napětí a teploty s ohledem na velikost částic. Méně významnými faktory jsou třeba druh prášku či rychlost deformace. [5, 71]

3.9.4.5 Slinování

Prvním krokem práškové metalurgie je většinou tvarování výrobku, po kterém následuje slinování. Toto slinování spočívá v ohřátí hotového práškového výlisku na takovou teplotu, při níž dochází s využitím difúze k eliminaci povrchové energie prášku. Ohřev se může pohybovat buď pod teplotami tání jednotlivých komponent prášku, anebo nad teplotou tání minoritní složky (slinování v tekuté fázi). Příkladem tekuté fáze může být eutektikum. Rozhodujícími faktory během slinování jsou teplota a čas, jelikož difúze v tomto procesu hraje hlavní roli. V místě dotyku jednotlivých částic prášků vznikají difúzní spoje. Jakmile se snižuje velikost pórů, zvětšuje se velikost zhutnění. Do téměř teoretické hustoty lze slinovat malé částice prášku při teplotách blízkých teplotám tavení. [5, 66, 67, 71]

Ve struktuře slinovaných směsí prášků se nacházejí výchozí látky a produkty jejich reakcí (tuhé roztoky a sloučeniny). Slinování směsí prášků probíhá v závislosti na druhu systému (viz *obr. 40*, [5]). Bude-li se směs prášků nacházet v nerovnováze na teplotě slinování, poté se slinování uskuteční mimo jiné také heterodifúzí. Tato heterodifúze pomáhá přiblížit systém k rovnováze. Pro systémy s úplnou anebo částečnou rozpustností dochází k překryvu slinování a homogenizace za vzniku nových fází. V systému s úplnou rozpustností může dojít ke Kirkendallovu jevu (např. systém Cu–Ni). Během slinování směsí prášku s částečnou rozpustností v tuhém stavu ovlivňuje vznikající fáze míru zhutnění. Podle druhu vytvořené fáze lze docílit většího anebo menšího zhutnění. [5, 66, 67]

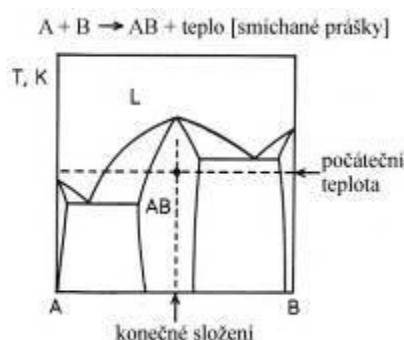
Zhutnění u většiny intermetalických a kompozitních materiálů probíhá během slinování v pevné fázi obtížně. Příčina této obtížnosti tkví ve velkých rozměrech částic a zároveň v nízké difuzivitě uspořádaných sloučenin. Tvorba kapalné fáze během slinování je velmi užitečná. Díky ní je umožněná větší míra difuzivity, než jaká bývá v pevném stavu. [5, 66, 67]



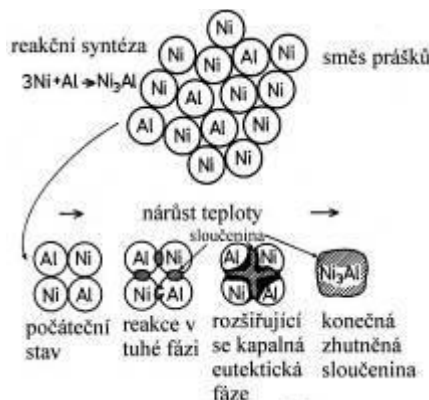
Obr. 40: Znáznornění vztahu mezi binárními diagramy a vznikem nových fází při slinování v oblasti styku částic, (T_a = teplota slinování)

3.9.4.6 Reakční syntéza

Kompaktní těleso je zahřáté na teplotu, při níž reagují částice prášku za vzniku intermetalických sloučenin. Během tohoto procesu se často stává, že reakce nastane současně se vznikem první kapalná fáze (případně eutektika). Na *obr. 41* je schematicky znázorněn binární diagram, v němž se tvoří intermetalická fáze AB při určitém stechiometrickém složení. [5] Přechodná kapalná fáze se začíná tvořit při dosažení nejnižší eutektické teploty, přičemž se rozšiřuje do celého kompaktního tělesa. Jelikož je složka s vyšší teplotou tavení stále stabilní, teplo se začne uvolňovat. Tato reakce může být po vytvoření kapalná fáze téměř spontánní. Celý děj může trvat i jen několik sekund. Dosáhnutí takového průběhu reakce závisí na teplotě, velikosti částic prášku a na složení. Při reakční syntéze se těleso rozpíná v důsledku nevyvážené rozpustnosti částic a v dokonalejším atomovém uspořádání ve vytvořených sloučeninách. Princip reakční syntézy je vysvětlen na *obr. 42*, [5]. [5, 66]



Obr. 41: Při reaktivní syntéze dochází k zahřátí směsi prášku o stechiometrickém poměru. Následkem toho vznikají po tavení stabilní sloučeniny.



Obr. 42: Znázornění průběhu reakční syntézy

3.9.4.7 Vakuové lisování za tepla (Vacuum Hot Pressing = VHP)

Vakuové lisování za tepla je zhutňujícím procesem, který využívá jednoosého tlaku. Prášky mohou být čistě jednoprvkové anebo předlegované. Preferovaným materiálem lisovnice je grafit, čímž je možné dosáhnout vysokých teplot až do 2200 °C. Tato lisovnice bývá často pokryta žáruvzdornou kovovou fólií, která zabraňuje případné kontaminaci grafitu s práškem. Maximální tlak je okolo 50 MPa. Jelikož na těleso působí vakuum, je minimalizována kontaminace struktury. [5, 72]

Aplikace vakuového lisování je pro tvorbu Fe_3Al , MoSi_2 , TiAl a NbAl_3 . U této metody lze vyrábět pouze jednoduché tvary výrobků. [5, 72]

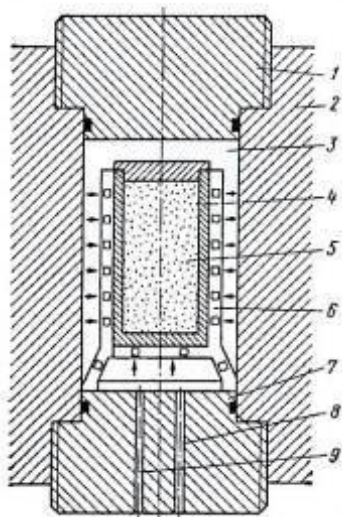
3.9.4.8 Izostatické lisování za tepla (Hot Isostatic Pressing = HIP)

Během izostatického lisování za tepla dochází k zániku uzavřené poretity a bývá dosaženo větší vnitřní homogenity a hustoty tělesa. Hipování probíhá působením vysokého izostatického tlaku a zvýšené teploty. Aby bylo správně dosaženo tohoto působení, je nutné mít pro celý proces speciální tlakovou komoru. Nejčastěji používanými pracovními plyny jsou Ar a He. Těleso je uvnitř nádoby uzavřeno v elastickém pouzdře, díky čemuž lze působit na těleso tlakem a teplotou ze všech stran rovnoměrně. Elastické pouzdro by mělo být inertní vůči prášku. Za normálního tlaku by mělo mít vlastnosti pevné látky, aby dokázalo udržet požadovaný tvar i po naplnění práškem. V oblastech zvýšeného tlaku by zase mělo mít chování kapaliny, čímž se získá izostatického přenosu tlaku. Běžně užívaným materiálem je tedy kaučuk. Jednoduché schéma celé metody je na *obr. 43*, [66] a znázornění celého cyklu je na *obr. 44*, [5]. [14, 66, 73, 74]

Ohřátí tělesa může být uskutečněno dvěma způsoby. Jedním z nich je současný ohřev tělesa s atmosférou plynu, kdy tlak plynu lineárně narůstá. A druhým způsobem je nastavení tlaku plynu v autoklávu po dosažení požadované teploty. Při hipování by sypká hmotnost prášku měla být větší než 60% teoretické specifické hmotnosti kompaktního tělesa. Toho lze docílit pouze tehdy, když částice prášku mají kulovitý tvar. HIP pracuje v rozmezí tlaků od 50 MPa do 310 MPa (nejčastěji 100 MPa). Teplotní rozmezí pro izostatické lisování za tepla je od 480 °C do 1300 °C. [14, 66, 74]

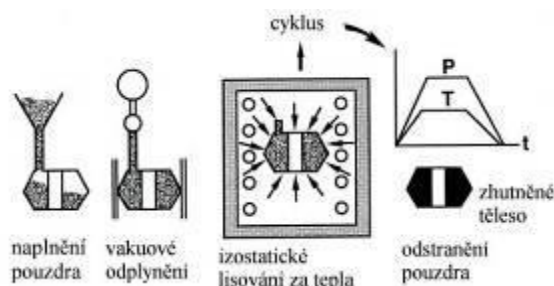
Zhutnění tělesa probíhá hnací silou, při které se snižuje povrchová energie pórů. V prvním stádiu procesu, kdy je zvyšována teplota a tlak, se zvětšuje jak rozpustnost plynu v matici, tak i tlak plynu v pórech. Jelikož je celé těleso vystaveno vysokému tlaku, plyn má tendenci spíše difundovat k povrchu tělesa než do okolních pórů. [73, 74]

Mechanické vlastnosti výrobků z hipování mají vyšší hodnoty jak pevnostních, tak i plastických charakteristik v porovnání s charakteristikami výrobků získaných klasickými způsoby lisování. [66, 73]



Obr. 43: Schéma izostatického lisování za tepla.

1-horní uzávěr, 2-vysokotlaká komora, 3-tlaková kapalina, 4-plastická forma, 5-směs prášků, 6-perforovaná forma, 7-spodní uzávěr, 8-přívod tlakové kapaliny, 9-odvod kapaliny



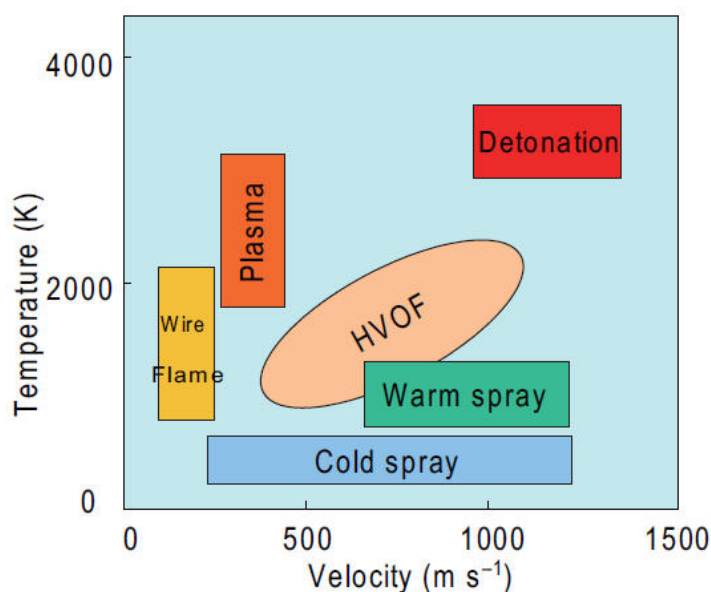
Obr. 44: Schéma sekvence u izostatického lisování za tepla; P-tlak, T-teplota, t-čas. Malý graf znázorňuje změnu teploty a tlaku vůči času.

3.9.5 Žárové nástřiky

Pokud mají intermetalické sloučeniny chránit povrch součástí a výrobků, je nutné zvolit vhodnou techniku nanášení. Velkou skupinu těchto technik v sobě ukrývají žárové nástřiky, které tvoří důležitou součást výroby povrchových vrstev v průmyslovém odvětví. Žárovými nástřiky lze vytvářet vrstvy, jež jsou užitečné pro mnoho aplikací s velkou variabilitou tloušťek (od 100 μm nahoru). Materiály, které mohou být použity, jsou kovy a jejich slitiny, keramika, plasty a kompozity. V podstatě tyto materiály musí splňovat to, že se dají roztavit, aniž by došlo k jejich degradaci. Využívá se zde vysoké rychlosti pevných, částečně anebo úplně natavených částic. Při dopadu těchto částic na povrch, dojde k vytvoření vazby s povrchem. [75, 76]

Důležité procesní parametry musí být vždy vhodně zvoleny, jelikož ovlivňují kvalitu povrchu. Hlavními parametry jsou například kinetická energie částic, úhel dopadu, typ a teplota substrátu, rychlost a teplota plamene a částic atd. Na *obr. 45*, [76] je znázorněno porovnání technik žárových nástřiků dle teploty a rychlosti částic. [75]

Na chování nástřiků mají vliv všechny strukturní složky a jejich vlastnosti. Jednotlivé vlastnosti nástřiků jsou důležité podle požadavků jejich použití. Mezi sledované vlastnosti se řadí například tvrdost, odolnost vůči korozi a oxidaci, pevnost povlaku a adheze povlaku k substrátu. [75]



Obr. 45: Porovnání žárových technologií dle rychlosti a teploty, jež dosahují částice
(temperature = teplota, velocity = rychlost, detonation = výbuch, wire = drát, flame = plamen)

4 EXPERIMENTÁLNÍ ČÁST

4.1 Experimentální metody

4.1.1 Světelná mikroskopie

K základnímu vybavení metalografické laboratoře i nadále patří světelný mikroskop, který napomáhá získat větší zvětšení, vysoký kontrast a vysokou rozlišovací schopnost. Tyto vlastnosti jsou získány soustavou uspořádaných čoček. Pozorování metalografických výbrusů lze provádět ve světlém, anebo tmavém poli. Rozdíl mezi tmavým a světlým polem je nejen ve vybavení mikroskopu (např. parabolický kondenzor u tmavého pole), ale i v cestě, jež musí světelný paprsek urazit. U světlého pole se do objektivu úplně vrací paprsky odražené od kolmých ploch, ale i částečně od šikmých ploch. Při použití tmavého pole se do objektivu dostanou zpět pouze paprsky odražené od šikmých ploch. Světelnou mikroskopii limituje dosažitelná hloubka ostrosti. [8, 77]

Snímky prezentované v této práci byly převážně pořízeny pozorováním ve světlém poli za použití světelného mikroskopu Axiovert od firmy Zeiss (*obr. 46*). Další snímky byly pořízeny navíc v polarizovaném světle pro zvýraznění mikrostruktury dvojčat či odlišení jednotlivých fází. Jelikož vzorky jsou porézní, bylo často využíváno motorizované Z osy mikroskopu, čímž se docílilo vytvoření série fotografií s různou rovinou zaostření. Tuto sérii fotografií následně zpracoval software v jednu fotografii.



Obr. 46: Světelný mikroskop Axiovert

4.1.2 Elektronová mikroskopie

Při dopadu fokusovaného svazku primárních elektronů na vzorek dochází v určitém objemu látky k pružnému a nepružnému rozptylu. V závislosti na tloušťce vzorku mohou dále primární elektrony být schopny projít vzorkem (transmitované elektrony). [8, 77, 78]

Pružným rozptylem je označován děj, při němž elektron ztrácí velmi malou část své energie a při němž mění směr svého pohybu. Elektrony rozptýlené tímto způsobem jsou nazývány jako zpětně odražené (BSE). [8, 77, 78]

Naopak při nepružném rozptylu dochází jak ke ztrátě energie primárních elektronů, tak i ke změně směru elektronů. Část energie elektronů je předána volným elektronům nebo elektronům vázaných v obalech atomů ozařovaného vzorku. Nepružným rozptylem lze získat např. sekundární elektrony (SE), Augerovy elektrony a rentgenové záření. [8, 77, 78]

V rastrovacím elektronovém mikroskopu se pro tvorbu obrazu využívají sekundární a zpětně odražené elektrony, zatímco v transmisním elektronovém mikroskopu vzniká obraz pomocí transmitovaných, pružně a nepružně rozptýlených elektronů. Pro fázové a chemické

mikroanalýzy je užitečná např. detekce rentgenového záření a zpětně odražených elektronů. [8, 77, 78]

V této práci bylo použito pro analýzu metalografických výbrusů a lomových ploch rastrovacího elektronového mikroskopu Zeiss UltraPlus s EDS detektorem Oxford. Pro pozorování reliéfů lomů a výbrusů bylo použito sekundárních elektronů, neboť z reliéfů lomů lze získat větší výtěžnost signálů sekundárních elektronů. Pro zjištění rozložení průměrné atomové hmotnosti ve struktuře vzorku bylo použito zpětně odražených elektronů. Chemické analýzy se prováděly s použitím energiově disperzního spektrometru (EDS), při němž bylo detekováno charakteristické rentgenové záření. Byly provedeny jednak bodové lokální a lineární chemické analýzy s přesností na desetinu atomového procenta, jednak kvalitativní EDS mapy, které přinesly informaci o přítomnosti a chemickém složení jednotlivých fází v mikrostruktuře. Bodové analýzy byly pořízeny při 20 kV po dobu 60 sekund. Na následujícím snímku *obr. 47* je vyfocen rastrovací elektronový mikroskop, jenž byl využit při tvorbě analýz a obrazů v experimentální části.



Obr. 47: Snímek rastrovacího elektronového mikroskopu Zeiss Ultra Plus

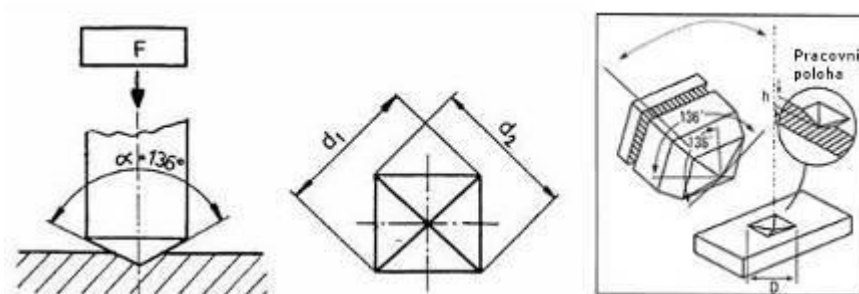
4.1.3 Diferenční skenovací kalorimetrie (DSC)

DSC patří mezi metody termické analýzy, s jejíž pomocí lze studovat jak pevné, tak i kapalně vzorky v širokém teplotním rozmezí. Toto teplotní rozmezí je limitováno typem přístroje a pohybuje se v teplotách od -100 do 2450 °C. DSC lze s úspěchem použít například na analýzu kompozitních materiálů, polymerních a biopolymerních materiálů, hydrogelů a emulzí. [79, 80]

Při DSC je vzorek spolu s referenčním vzorkem vystaven teplotnímu programu, při němž je určena rychlost ohřevu a ochlazování, napouštění ochranné atmosféry spolu s rychlostí průtoku plynu a průtoku vody. U školní diferenční skenovací kalorimetrie se využívá tepelného toku. Referenční a studovaný vzorek mají samostatná teplotní čidla. Tyto dva vzorky jsou umístěny a spojeny tepelným mostem ve stejné kalorimetrické cele. Přístroj funguje tak, že v průběhu experimentu zaznamenává tepelný tok mezi těmito vzorky a převádí jej na energetický ekvivalent. Díky tomu je zaručen analogický a vzájemně porovnatelný výstup u obou typů analyzátorů. Tepelný tok mezi vzorky je získán tehdy, když mezi vzorky existuje rozdíl teplot. Tohoto rozdílu teplot je dosaženo změnou teploty ve studovaném vzorku, která může nastat v důsledku exotermních či endotermních reakcí. Diferenční skenovací kalorimetrie ukazuje, jaké množství energie je nutné do systému dodat. Grafickým výstupem této metody jsou DSC – křivky. Pomocí DSC jsou vyhodnocovány jak chemické, tak i fyzikální děje související s tepelnými změnami a přechody v materiálech. Mezi ně lze zařadit například teplotu tání, teplotu skelného přechodu, krystalizaci, polymeraci, degradaci, polymorfni přeměnu a tepelnou kapacitu. [79, 80, 81]

4.1.4 Měření mikrotvrdosti

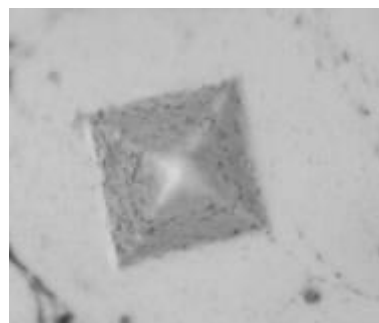
Měření mikrotvrdosti dle Vickerse probíhalo na tvrdoměru od firmy Leco. Při měření byl použit diamantový indentor ve tvaru čtyřbokého jehlanu se čtvercovou základnou a s vrcholovým úhlem mezi protilehlými stranami $\alpha = 136^\circ$. Měřený vzorek byl umístěn na tuhou podložku a zajištěn proti pohnutí. Podstata zkoušky měření dle Vickerse je znázorněna na obr. 48, [82]. Tato zkouška spočívá v kolmém vtlačování indentoru určitou silou do povrchu zkoušeného tělesa po určitou předem stanovenou dobu. V experimentální práci bylo použito působícího zatížení $F = 0,09807 \text{ N}$ nebo $F = 0,1961 \text{ N}$, přičemž doba zatěžování byla vždy $t = 10 \text{ s}$. Výsledný vtisk byl pozorován pod mikroskopem a změřen. Snímky samotného tvrdoměru a vytvořeného vtisku jsou pro ukázkou na obr. 49 a na obr. 50. Na každém vzorku bylo provedeno alespoň 5 platných vtisků pro každou sledovanou fázi. Z těchto 5 hodnot vtisků byla následně vypočítána průměrná hodnota mikrotvrdosti. [13, 82]



Obr. 48: Vysvětlení principu měření mikrotvrdosti



Obr. 49: Snímek tvrdoměru



Obr. 50: Snímek provedeného vtisku

4.2 Experimentální materiál

V praktické části diplomové práce byly zkoumané nástřiky připraveny pomocí metody cold spray. Parametry přípravy všech nástřiků jsou uvedeny níže. Kovové prášky byly vyfoceny s použitím světelné mikroskopie. Kompletní fotodokumentace všech snímků z experimentální práce je přiložená na CD formou přílohy.

4.3 Prášky použité při metodě cold spray

4.3.1 Hliník

Na obr. 51 je vyfocen metalografický výbrus prášku hliníku. Průměrná velikost částic prášku byla 100 μm .



Obr. 51: Snímky hliníkového prášku, SM: a) 100 \times , b) 500 \times

4.3.2 Železo

Na obr. 52 jsou vyfoceny částice železného prášku z metalografického výbrusu. Tyto částice mají průměrnou velikost okolo 50 μm .



Obr. 52: Snímky železného prášku, SM: a) 100 \times , b) 500 \times

4.3.3 Měď

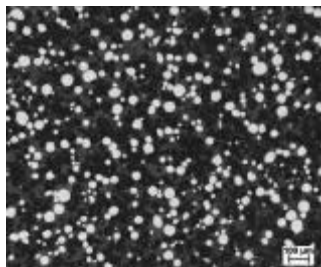
Měděný prášek je vyfocen na metalografickém výbrusu na obr. 53. Průměrná velikost těchto částic je cca 40 μm .



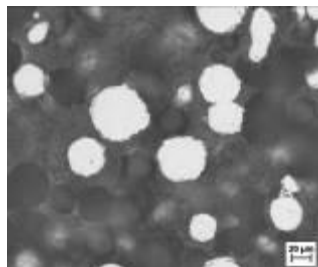
Obr. 53: Snímky měděného prášku ze SM, zvětšení: a) 100 \times , b) 500 \times

4.3.4 Nikl

Na *obr. 54* jsou vyfoceny částice prášku niklu z metalografického výbrusu. Jak je patrné ze snímků, částice niklu si zachovaly téměř sférický tvar. Přibližný průměr částic niklu byl 40 μm .



a)



b)

Obr. 54: Snímky prášku niklu, SM: *a)* 100 \times , *b)* 500 \times

4.4 Parametry nástřiků

Na *obr. 55* jsou vyfocené nástřiky, které byly použity v experimentální části. Na dalším obrázku (*obr. 56*) jsou schematicky nakreslené průřezy jednotlivými nástřiky.

Nástřiky FeAl I, FeCu a FeNi byly vyrobeny při těchto podmínkách:

- ✓ **nosné medium:** dusík
- ✓ **teplota plynu:** 400 °C
- ✓ **průtok plynu:** 250 slm
- ✓ **tlak plynu:** 50 barů
- ✓ **rychlost podávání prášku:** 3 rpm

Uskutečněné přejezdy robotnického ramena:

- ✓ **FeAl I:** 20 přejezdů
- ✓ **FeCu:** 8 přejezdů
- ✓ **FeNi:** 10 přejezdů

Nástřík FeAl II byl vyroben při těchto podmínkách:

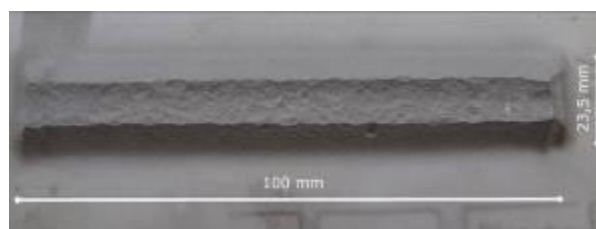
- ✓ **nosné medium:** vzduch
- ✓ **teplota plynu:** 300 °C
- ✓ **tlak plynu:** 15 ÷ 16 barů

Uskutečněné přejezdy robotnického ramena:

- ✓ **FeAl II:** 11 přejezdů; nejprve nástřikáno 5, později dalších 6

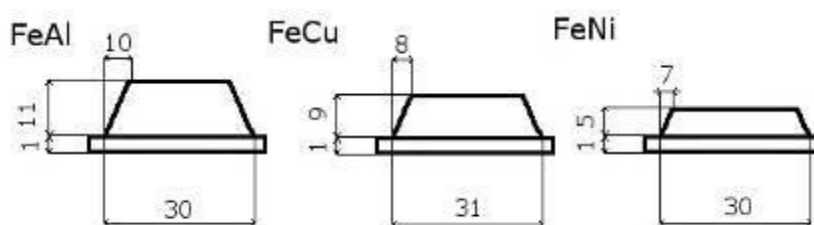


a)



b)

Obr. 55: Fotografie nástřiků: a) zleva: FeNi, FeCu a FeAl; b) dřívější FeAl



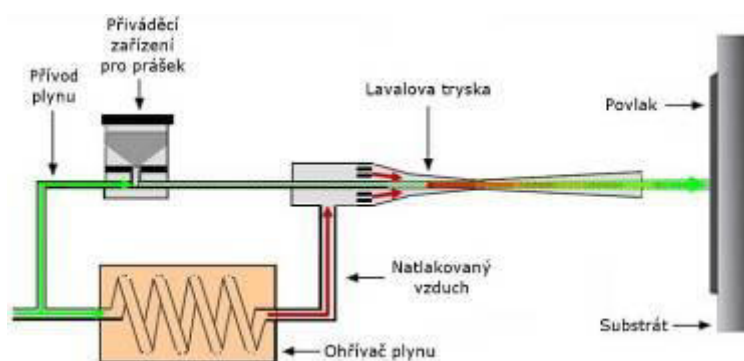
Obr. 56: Schematické porovnání průřezů nových nástřiků

4.5 Cold spray (Cold gas–dynamic spray)

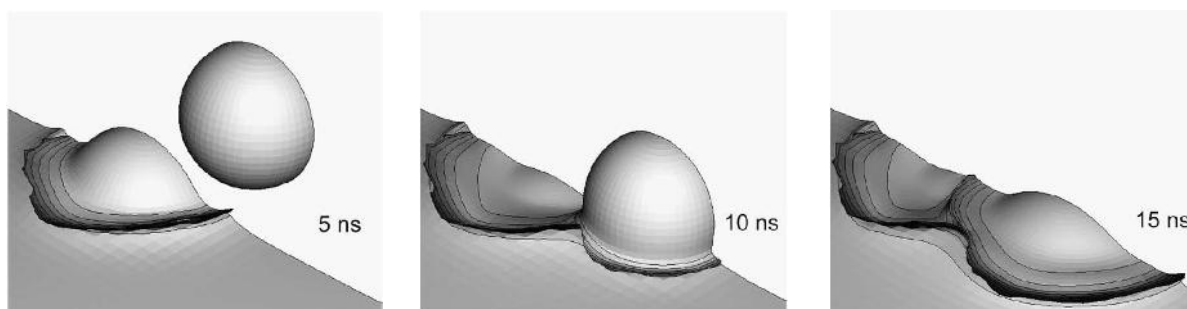
Metoda cold spray byla vynalezena v polovině 80. let 20. století Dr. Anatoliem Papyrinem a jeho kolegy v Institutu teoretické a aplikované mechaniky v sibiřské sekci ruské akademii věd v Novosibirsku. Ruští vědci tehdy studovali chování modelů ve větrném tunelu, kde byly modely vystaveny nadzvukovému proudu plynů a tuhých částic. V té době se jim podařilo nanést velké množství čistých kovů, kovových slitin, polymerů a kompozitů na různé substráty. [83, 84, 85, 86]

Cold spray využívá urychlených částic prášků pro vytvoření vrstvy na vhodném substrátu. Pojem cold spray prozrazuje jednu z hlavních charakteristik tohoto procesu, během něhož jsou částice stříkány na substrát. Teplota pracovního plynu je relativně nízká a uvádí se, že vždy dosahuje hodnot nižších, než jakých dosahují teploty tavení jednotlivých složek směsi. Cold spray je založen na vhodném výběru teploty, rychlosti a velikosti částic. Velikost částic kovového prášku se obvykle pohybuje v rozmezí od 1 do 100 μm . Jako pracovních plynů se používá helia, dusíku a vzduchu. Tento pracovní plyn je rozdělen a přiveden do elektrické pece a do podavače prášku, odkud jsou částice dopraveny do Lavalovy trysky a dále nesený proudem hlavního plynu. Průchodem skrz konvergentní–divergentní Lavalovu trysku je dosaženo expanze již stlačeného a přehřátého plynu, čímž dojde k urychlení částic prášku na rychlost 300–1200 m/s. Jakmile částice projdou výstupní částí trysky, jsou dále unášeny směrem k povrchu substrátu (viz *obr. 57*, [83]). Při dopadu částic na substrát se vytváří vazby mezi částicemi a substrátem. Adheze částic je způsobena kinetickou energií. Předpokládá se, že spojení částic vzniká v důsledku rozsáhlé plastické deformace. Na *obr. 58*, [86] je znázorněna simulace dvou částic mědi, které dopadají na měděný substrát. Skutečná ukázka tuhé částice po dopadu na substrát je na *obr. 59*, [86]. [83, 84, 85, 86]

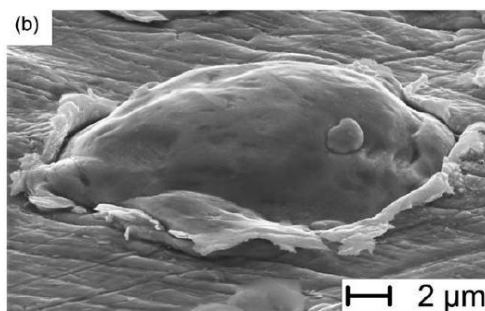
Metoda cold spray odstraňuje nebo minimalizuje škodlivé jevy, jež nastávají ve vrstvách vyrobených pomocí technologií žárových nástřiků za vysokých teplot. Jelikož je vrstva vytvořena z tuhých částic, nedochází k oxidaci, vypařování, tavení a ke krystalizaci. Výrazně jsou snížena také zbytková napětí, která se objevují převážně na rozhraní vrstvy a substrátu a která často negativně ovlivňují pevnost tohoto rozhraní. Z těchto důvodů cold spray nabízí výrazné přednosti a možnosti oproti jiným žárovým nástřikům využívajících vysokých teplot. [83, 84, 85]



Obr. 57: Schéma metody cold spray



Obr. 58: Simulace dopadu dvou částic ($5\ \mu\text{m}$) s počáteční rychlostí $600\ \text{m/s}$ v 5, 10 a 15 ns po dopadu první částice na substrát



Obr. 59: Snímek z řádkovacího elektronového mikroskopu, SE, zachycující dopadenou částici mědi na měděném substrátu

4.6 Příprava vzorků

Všechny vzorky (FeAl, FeCu a FeNi) byly připraveny stejným postupem. Nejprve byl z každého nástřiku odstraněn přebývající substrát pomocí řezačky od firmy Leco. Poté byly na malé pomaluběžné olejové řezačce postupně odřezány z nástřiku pláty o tloušťkách cca 5 mm a 2 mm.

Pláty nástřiku s tloušťkou 5 mm byly dále rozřezány na tři menší části = vzorky. Tyto vzorky byly podrobeny žíhání v trubkové peci Heraeus. Teploty žíhání nástřiků se lišily a byly zvoleny s ohledem na binární diagramy jednotlivých nástřiků. Měření teploty probíhalo pomocí termočlánku Ni–Cr. Všechny vzorky byly zahřáté na požadovanou teplotu přibližnou rychlostí 100 °C/min. Doba výdrže na této teplotě byla vždy 2 hodiny, nebo 10 hodin. Po uplynutí doby výdrže byly vzorky vytáhnuty z pece a ochlazeny. V průběhu žíhání byl do pece přiváděn argon, který sloužil jako ochranná atmosféra s průtokem minimálně 0,6 l/min.

Pro jednotlivé pláty nástřiku o tloušťce 2 mm byla snaha získat malé vzorky pro DSC analýzu (přibližné rozměry 2×4×2 mm). Tyto vzorky byly následně broušeny na rozměr cca 1,5×3×1,5 mm. Rozměry byly zvoleny tak, aby nedošlo ke zničení kalíšku pro DSC analýzu případnou tepelnou roztažností vzorku. Pro DSC vzorky byl stanoven cyklus, ve kterém byly předem stanoveny tyto parametry: rychlost ohřevu, ochlazování a doby výdrží. Během DSC analýzy byl použit argon k proplachování komory pícky.

4.7 Metalografická příprava vzorků

Každý tepelně zpracovaný vzorek z trubkové pece Heraeus byl po ochlazení naříznut a rozlomen tak, aby byla získána lomová plocha o dostatečné velikosti. Jedna rozlomená část vzorku byla vždy ponechána pro zkoumání v rastrovacím elektronovém mikroskopu a druhá část byla zalita za studena s použitím epoxidové pryskyřice. Po vytvrzení pryskyřice byly vzorky vyjmuty z formiček. Metalografické výbrusy byly získány pomocí broušení, mechanického leštění a mechanicko–chemického leštění. Celá příprava vzorků probíhala na přístroji Pedemin–2 od firmy Struers. Vzorky byly broušeny na papírech s brusivem z SiC o zrnitosti 320 a 800 s použitím vody jako chladicího media. Po každém broušení byly vzorky opláchnuty a osušeny natlakovaným vzduchem. Dalším krokem k zhotovení metalografického výbrusu bylo mechanické leštění, které probíhalo na leštících plátnech s použitím jak diamantových past o zrnitosti 7 μm, 5 μm a 0,7 μm, tak i s použitím lihového smáčedla. Vzorky byly vždy mezi jednotlivými kroky opláchnuty lihem a osušeny pomocí horkého vzduchu. Po mechanickém leštění následovalo mechanicko–chemické leštění OPECHEM s leštidlem OP–S po dobu 3 minut a praní s vodou po dobu 5 minut, aby byl očištěn povrch vzorku od leštidla OP–S. Pro dokonalé odstranění leštidla bylo použito ultrazvukového čištění, které trvalo 10 minut.

Vzorky z DSC analýzy byly připraveny stejným postupem jako vzorky tepelně zpracované z trubkové pece Heraeus, tedy byly broušeny, mechanicky a mechanicko–chemicky leštěny. Broušení probíhalo na papírech s brusivem z SiC o zrnitosti 800, 1000 a 4000 s chlazením pomocí vody. Při leštění bylo použito diamantových past o zrnitosti 3 μm a 0,7 μm. Zásadní rozdíl v přípravě těchto vzorků spočíval ve zkrácení doby trvání jednotlivých kroků, neboť vzorky byly velmi malé a hrozilo, že by došlo k jejich destrukci.

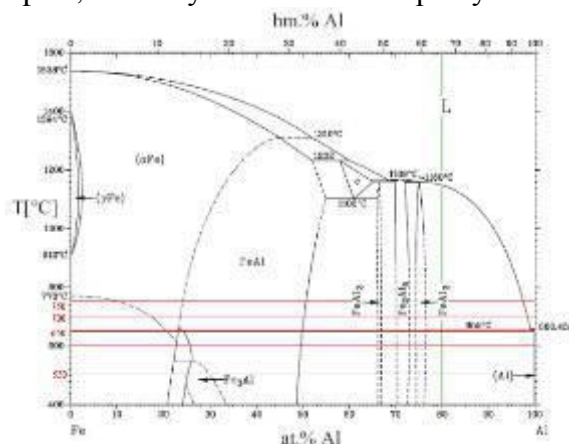
Všechny vzorky, které byly pozorovány světelným mikroskopem, následně byly pouhličený, aby mohly být analyzovány a pozorovány pomocí rastrovacího elektronového mikroskopu.

4.8 Grafický přehled experimentů v binárních diagramech

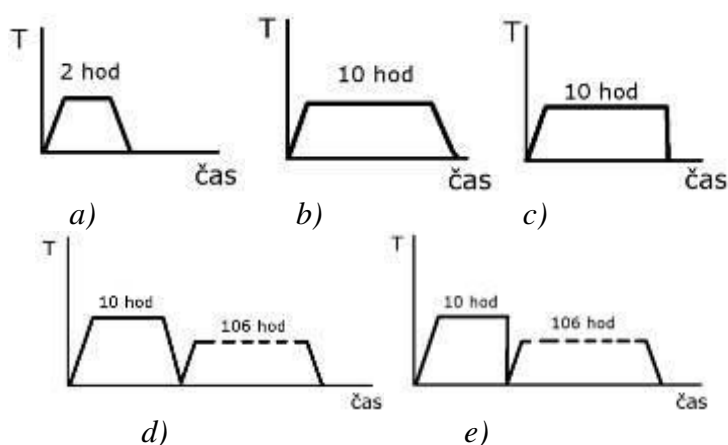
V této kapitole jsou pro rychlou orientaci uvedeny binární diagramy nástřiků, jež byly použity v experimentální části. Každý diagram má označené výchozí složení nástřiků zelenou svislou čarou. Žíhací teploty jsou zde znázorněny červenými vodorovnými čarami. Všechny teploty byly zvoleny s ohledem na binární diagram a na to, jak se zdály být zajímavé.

4.8.1 FeAl

V této práci byly zkoumány dva nástřiky FeAl, které měly přibližně stejné složení (80 at.% Al a 20 at.% Fe) a které se lišily použitými parametry nanášení. U nástřiku FeAl I bylo během jeho nanášení použito dusíku jako nosného plynu ohřátého na 400 °C o tlaku 50 barů. Při výrobě nástřiku FeAl II bylo použito vzduchu zahřátého na 300 °C o tlaku 16 barů. Teploty žíhání byly 550 °C, 600 °C, 650 °C, 700 °C a 750 °C. Doby výdrže byly většinou 2 hodiny, jinak 10 hodin. Jednoduché znázornění počátečního složení a dosažených teplot je na *obr. 60*. Na dalším obrázku (*obr. 61*) jsou zakresleny cykly tepelného zpracování, kterým byly jednotlivé vzorky podrobeny. Ochlazení probíhalo dvěma způsoby. Vzorek byl buď pomalu dochlazen v peci, anebo rychle ochlazen kapalným dusíkem.



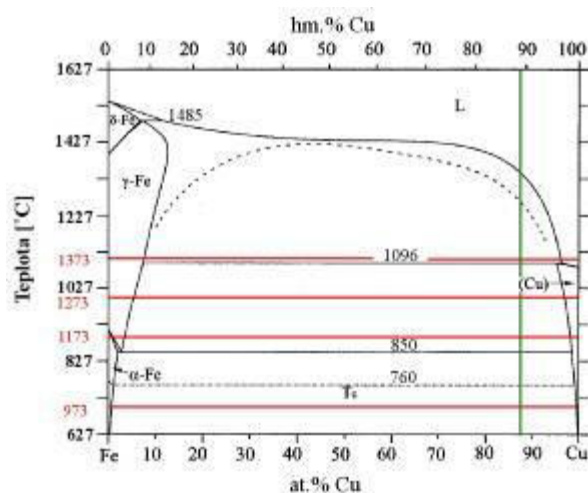
Obr. 60: Diagram Fe–Al s žíhacími teplotami a výchozím složením



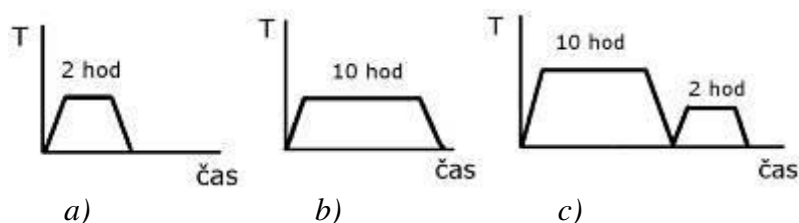
Obr. 61: Znázornění jednotlivých cyklů tepelného zpracování nástřiků FeAl: a) krátkodobá výdrž, b) dlouhodobá výdrž s pomalým ochlazením, c) dlouhodobá výdrž s ochlazením do kapalného dusíku, d) dlouhodobé žíhání s pomalým ochlazením a s následným nízkoteplotním žíháním a e) dlouhodobé žíhání s ochlazením do kapalného dusíku a s následným nízkoteplotním žíháním

4.8.2 FeCu

Nástřík FeCu vykazoval ve struktuře 90,3 at.% Cu a 9,7 at.% Fe. Žihací teploty byly 700 °C, 900 °C, 1000 °C a 1100 °C. Tyto údaje jsou znázorněny na *obr. 62*. Doby výdrže byly zvoleny na 2 a 10 hodin. Nejčastější doba výdrže dosahovala 2 hodin. Vzorky byly vždy pomalu ochlazeny v peci. Znázornění cyklů tepelného zpracování je na *obr. 63*. Na *obr. 63 c*) je zaznamenán průběh jednoho experimentu, který proběhl ohřátím vzorku na 1000 °C. Výdrž na této teplotě byla 10 hodin. Po pomalém ochlazení následovalo další tepelné zpracování, ve kterém došlo k ohřevu na 800 °C s výdrží na této teplotě po dobu 2 hodin.



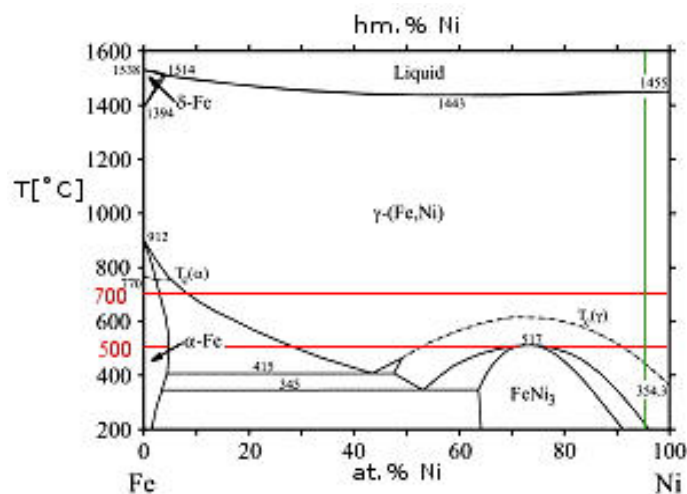
Obr. 62: Diagram Fe–Cu, ve kterém jsou vyznačeny žihací teploty a počáteční složení nástříku



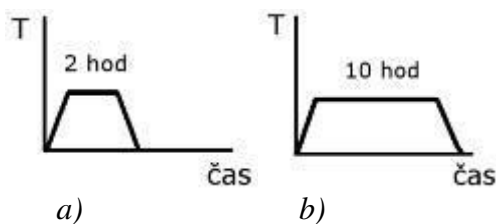
Obr. 63: Znázornění teplotních cyklů tepelného zpracování nástříku FeCu: a) krátkodobá výdrž, b) dlouhodobá výdrž a c) dlouhodobá výdrž s následným žíháním na nižší teplotě s kratší výdrží

4.8.3 FeNi

Nástřík FeNi měl výchozí složení o 95,2 at.% Ni a 4,8 at.% Fe. Zvolené teploty pro žhání byly 500 °C a 700 °C. Jednoduché zobrazení dosažených teplot a výchozího složení je na *obr. 64*. Doby výdrže byly 2 a 10 hodin. Na *obr. 65* jsou znázorněny cykly tepelného zpracování vzorků nástříku FeNi.



Obr. 64: Diagram Fe–Ni s vyznačenými teplotami žhání a vyznačeným výchozím složení



Obr. 65: Znázornění teplotního cyklu u nástříku FeNi: a) krátkodobá výdrž, b) dlouhodobá výdrž

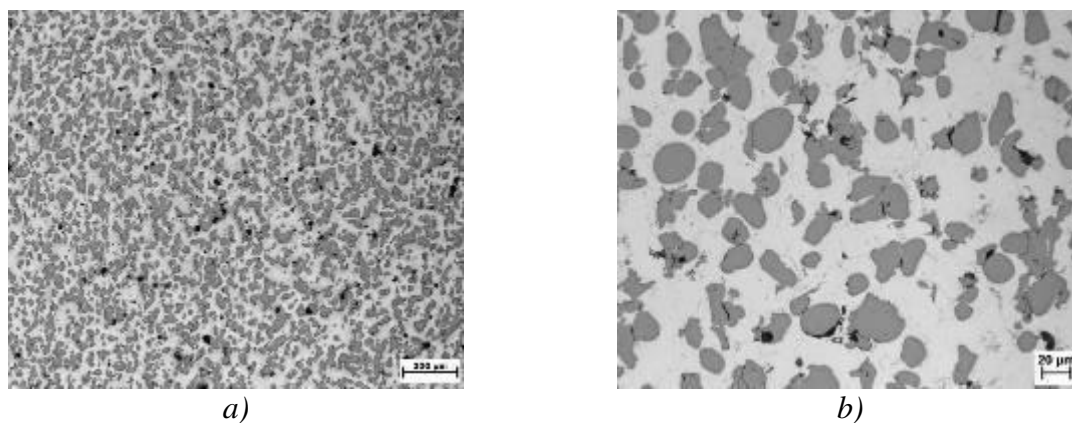
4.9 Nástřik FeAl I

4.9.1 Tepelně nezpracovaný vzorek

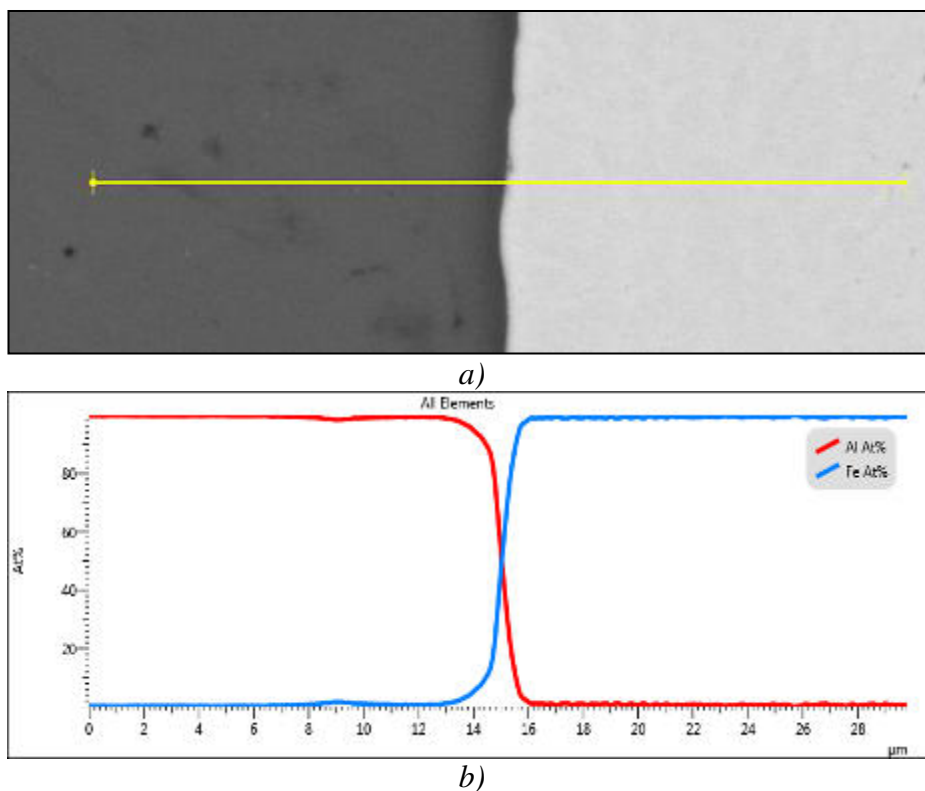
Samotný nástřik bez substrátu měl tloušťku 11 mm. Na snímcích ze světelného mikroskopu je zachycena struktura nástřiku. Z *obr. 66* je patrné, že póry dosahují malé velikosti, jejich tvar se částečně blíží tvaru sférickému a jejich rozmístění ve struktuře je přibližně rovnoměrné. Póry se vyskytují i v místech rozhraní částic hliník–železo v závislosti na tom, jakým směrem byl nástřik nanášen. Tmavší částice jsou částice železa a světlejší částice jsou částice hliníku. Železné částice si zachovávají víceméně pravidelný tvar, naopak částice hliníku jsou velmi deformované a tvoří v podstatě matici tohoto nástřiku. Rozhraní nástřik–substrát vykazovalo dobrou přilnavost; nanášené částice jsou dobře „zpracované“ do substrátu. Tento fakt byl potvrzen i samotnou přípravou vzorků, kdy nebylo lehké oddělit substrát od nástřiku. Ve struktuře se nevyskytují trhliny, praskliny, což znamená, že byly zvoleny správné parametry pro nanášení částic. Nástřik je kompaktní a soudržný.

Rozhraní mezi jednotlivými částicemi je zachyceno na lineární analýze (viz *obr. 67*), která začíná v čistém hliníku a končí v čistém železe. Výsledky plošné analýzy ukazují, že nástřik je tvořen z 81,6 at.% Al a z 18,4 at.% Fe (viz *tab. 3*). Tato analýza je zachycena na *obr. 68*. Poměr v jakém byly prášky železa a hliníku nanášeny byl Fe:Al 60:40 at.%. Jelikož toto složení neodpovídá naměřenému složení, lze se domnívat, že parametry, při nichž došlo k nanášení, nebyly zcela doladěné. Pro budoucí nanášení těchto dvou prášků je nutné, doladit všechny vstupující proměnné parametry.

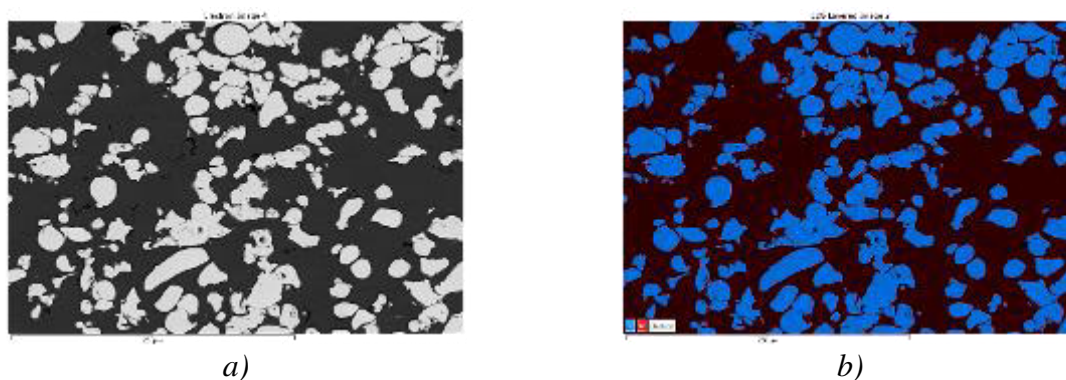
Na lomové ploše tepelně nezpracovaného nástřiku docházelo k oddělování částic hliníku mezi jednotlivými splatey a k oddělování částic železa od částic hliníku. Mikrotvrdost železných částic byla okolo 703 HV_{0,01}, hliníkové částice dosahovaly 63 HV_{0,01}.



Obr. 66: Mikrostruktura vzorku tepelně nezpracovaného FeAl I, SM: a) 100×, b) 500×



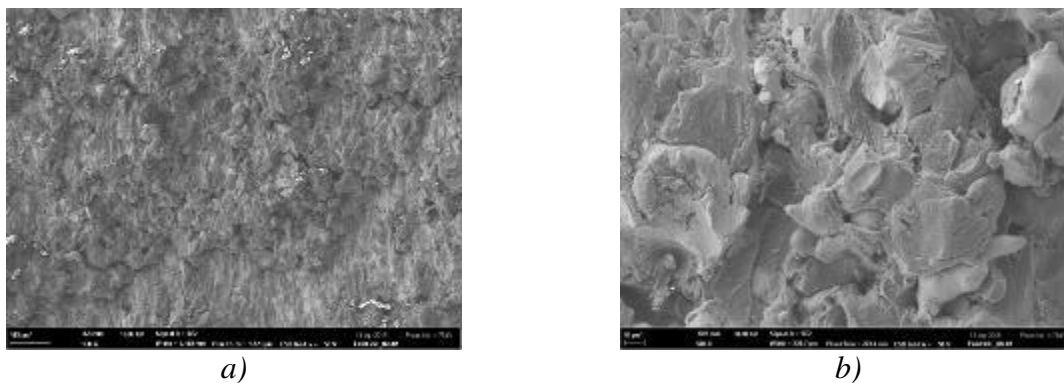
Obr. 67: Lineární analýza chemického složení: a) zobrazení analyzovaného místa, b) výsledný graf



Obr. 68: EDS mapping: a) zobrazení analyzované plochy, b) výsledek analýzy: Fe – modrá barva, Al – červená barva

Tab. 3: Přehled prvků a jejich množství z provedené plošné analýzy

FeAl 10 °C	
Prvek	At. %
Fe	81,6
Al	18,4

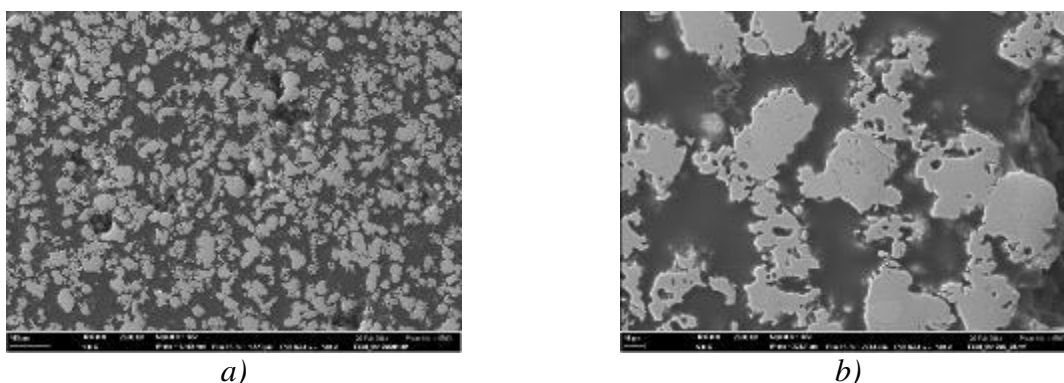


a)
Obr. 69: Snímky lomové plochy, REM: a) 100×, b) 500×

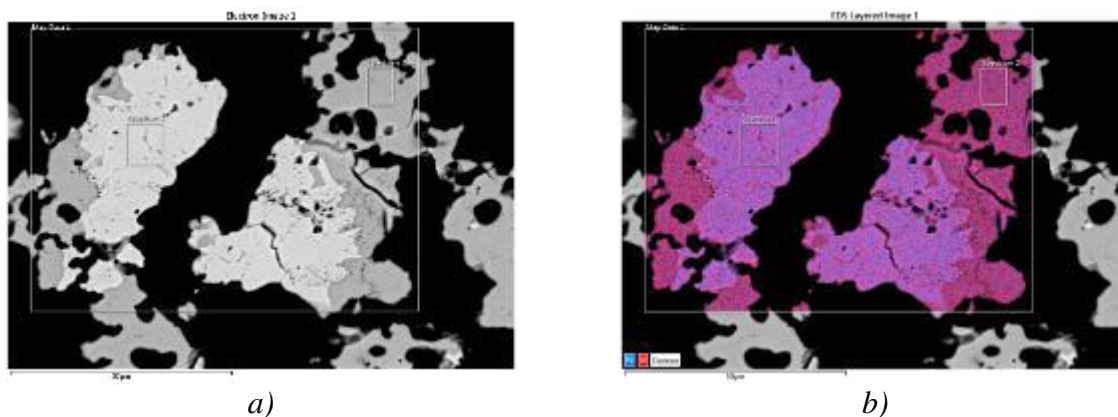
4.9.2 DSC vzorek – teplota 1000 °C, 2 přeběhy

Mikrostruktura nástřiku byla podrobena dvou přeběhům na teplotě 1000 °C. Ve struktuře se nenacházejí čisté částice železa anebo hliníku (*obr. 70*). Na celé ploše vzorku došlo k difúzi atomů. Mikrostruktura je tvořena intermetalickými fázemi. Porezita dosahuje přibližně stejné velikosti jako u předchozího vzorku. Analyzované byly celkem dvě odlišné oblasti. V obou případech se jednalo o intermetalické fáze tvořené buďto z 62 at.% Al a z 37 at.% Fe, anebo z 49,5 at.% Al a z 50,5 at.% Fe. Pravděpodobně se bude jednat o fáze FeAl a Al₂Fe. Plošná analýza dané oblasti prokázala, že ve struktuře je 42,3 at.% Fe a 57,7 at.% Al, viz *obr. 71* a *tab. 4*. DSC křivka ohřevu je na *obr. 72*. Ze záznamu průběhu DSC analýzy lze stanovit, kdy došlo k první menší difúzní reakci ($T_{\text{start01}} = 596$ °C) a k hlavní masivní reakci ($T_{\text{start02}} = 636$ °C). Menší difúzní reakce skončila při teplotě $T_{\text{finish01}} = 620$ °C a hlavní masivní reakce při $T_{\text{finish02}} = 647$ °C. Vznik nových intermetalických fází je nevratným dějem, jak napovídá DSC křivka ochlazení, která nevykazuje žádné exotermní ani endotermní reakce (viz *obr. 72*).

Difrakční fázová analýza rentgenového záření vyhovuje těmto fázím: FeAl + FeAl₂ a Fe₃Al. Dle chemického složení se ale ve struktuře vyskytují fáze FeAl + FeAl₂.



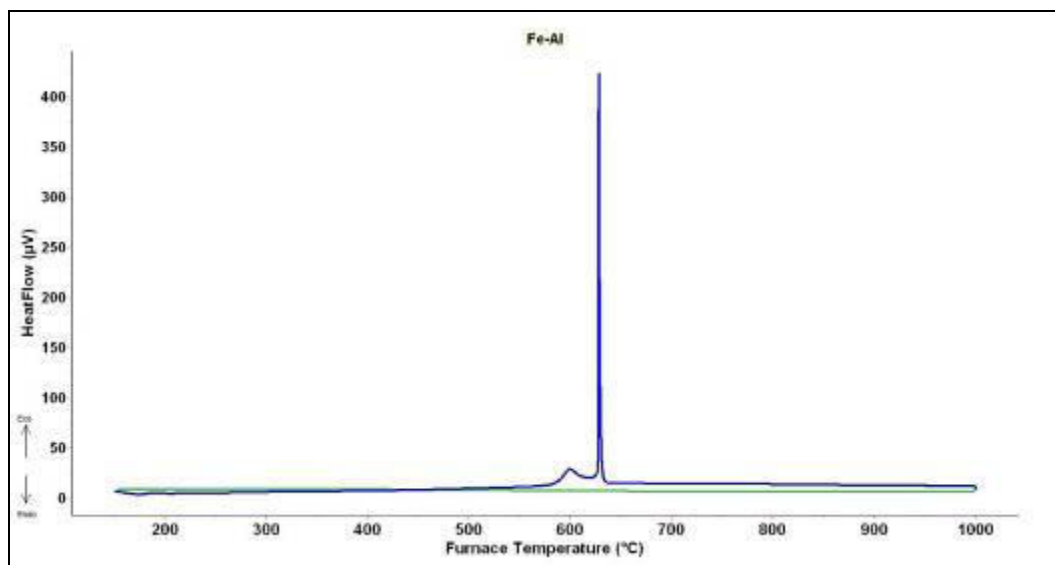
a)
Obr. 70: Snímky mikrostruktury DSC vzorku ohřátého na 1000 °C, 2 přeběhy, REM: a) 100×, b) 500×



Obr. 71: EDS mapping: a) zobrazení analyzované plochy, b) výsledek analýzy: Fe – modrá barva, Al – červená barva

Tab. 4: Přehled prvků a jejich množství z provedené plošné analýzy

FeAl 1000°C 2x	
Prvek	At. %
Fe	42,3
Al	57,7

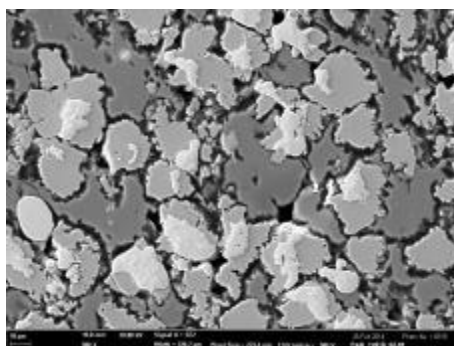


Obr. 72: DSC křivka ohřevu a ochlazení pro FeAl 1000 °C, 2 přeběhy

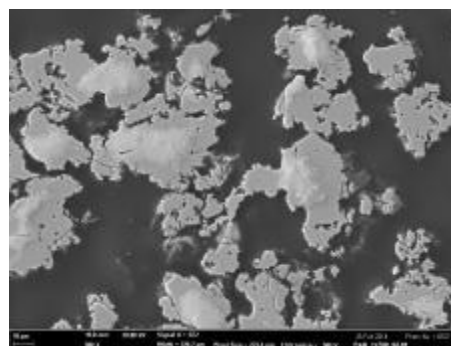
4.9.3 Mikrostruktura DSC vzorků na teplotě 618 °C + 700 °C

Vzorek nástřiku byl na DSC analýze podroben teplotě 618 °C. V mikrostruktuře tohoto vzorku se nachází železné a hliníkové částice a nově vzniklé intermetalické fáze (viz obr. 73 a)). Tyto fáze se tvoří kolem částic železa. Z rentgenových a plošných analýz je patrné, že by tato fáze mohla pravděpodobně být fáze Al_5Fe_2 .

Na této teplotě se ve struktuře vzorku vyskytovaly částice železa, hliníku a intermetalické fáze (obr. 73 b)). Částice železa jsou rozpuštěny mnohem více, než tomu bylo u předchozího vzorku. Porezita je mnohonásobně vyšší oproti porezitě předchozího vzorku. Podle rentgenové analýzy a plošných analýz toto složení pravděpodobně odpovídá fázi FeAl a FeAl_2 .

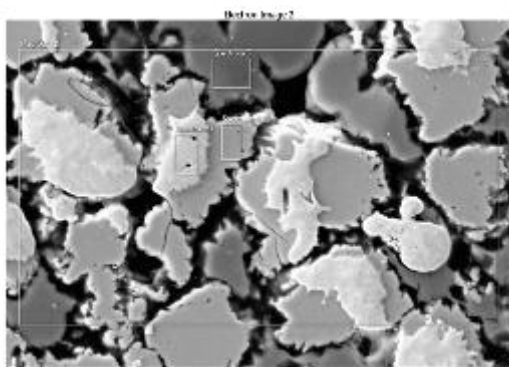


a)

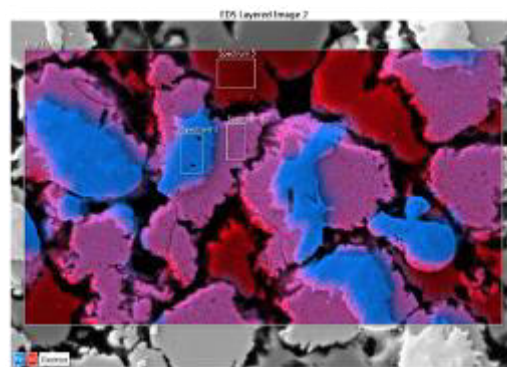


b)

Obr. 73: Vývoj mikrostruktury, REM a) 618 °C, 500×; b) 700 °C, 500×

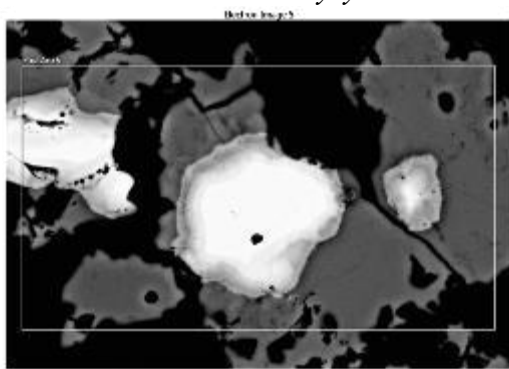


a)

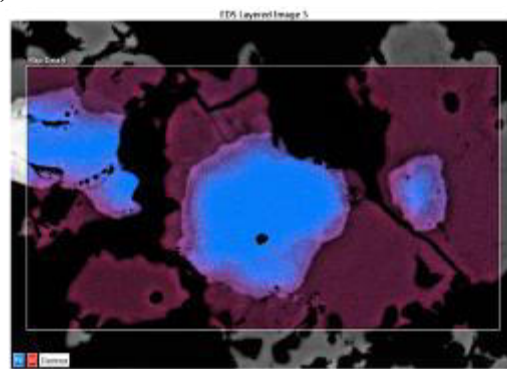


b)

Obr. 74: EDS mapping vzorku na 618 °C: a) zobrazení analyzované plochy, b) výsledek analýzy: Fe – modrá barva, Al – červená barva



a)



b)

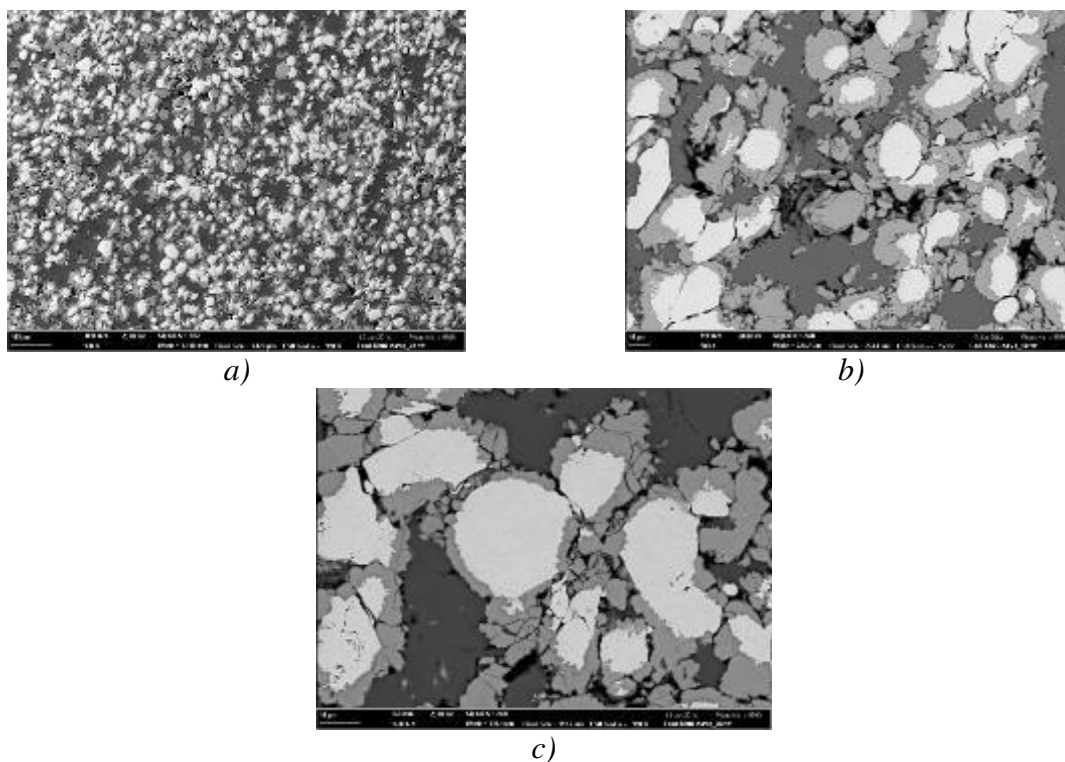
Obr. 75: EDS mapping vzorku na 700 °C: a) zobrazení analyzované plochy, b) výsledek analýzy: Fe – modrá barva, Al – červená barva

4.9.4 Vzorek žíhaný na teplotě 550 °C (2 hod.)

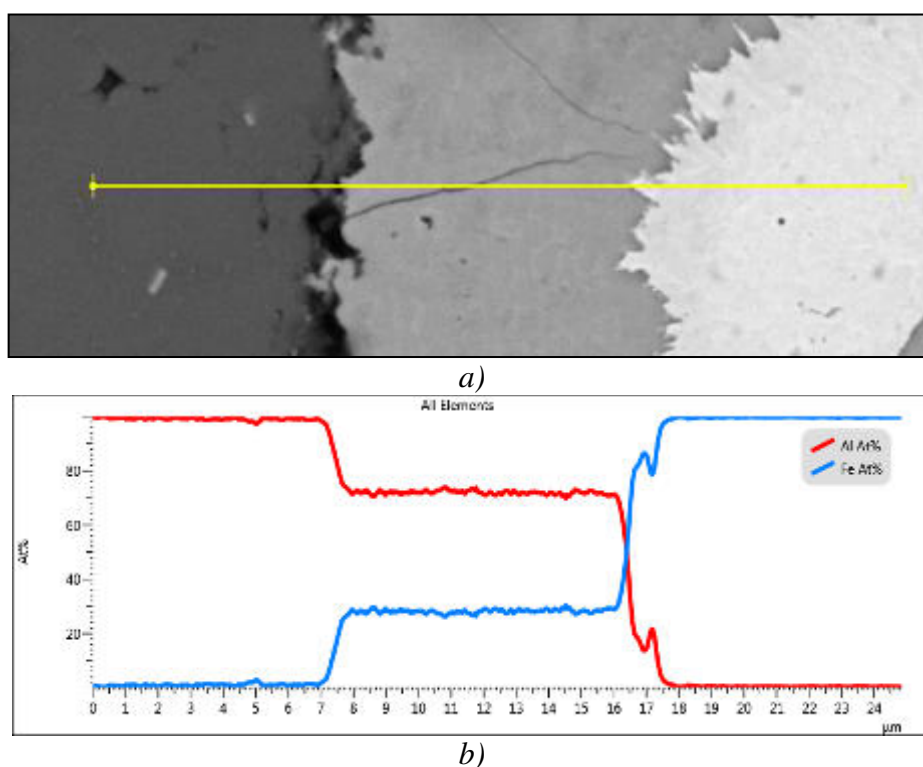
Ve struktuře vzorku na *obr. 76* lze pozorovat částice hliníku, částice železa a navíc nově vzniklé intermetalické fáze. Tyto intermetalické fáze se vyskytují převážně okolo železných částic, tedy na rozhraní částic hliník–železo. *Obr. 76* také naznačuje, že intermetalické fáze rostou z rozhraní železných částic směrem do částic hliníku. Oblasti, v nichž se vyskytuje pouze čistý hliník, se zmenšily. Intermetalické fáze jsou ve struktuře vyloučeny v masivním množství. Výskyt pórů je větší než u tepelně nezpracovaného vzorku a převážně v místech, kde se nachází nově vzniklé intermetalické fáze. Navzdory velkému množství pórů nástřik působí celistvým dojmem.

Lineární analýza byla vedena z čistého hliníku, přes intermetalickou fázi do čistého železa. Na analýze lze při přechodu z hliníku do intermetalika a z intermetalika do železa pozorovat, jak se postupně mění chemické složení na rozhraní těchto fází. Z lineární analýzy vyplývá, že intermetalická fáze má složení okolo 70 at.% Al a 30 at.% Fe. Tato lineární analýza je na *obr. 77*. Složení intermetalické fáze dle rovnovážného binárního diagramu spadá do oblasti existence fází $\text{Al}_{61}\text{Fe}_{31}$ + Al_5Fe_2 . Fáze $\text{Al}_{61}\text{Fe}_{31}$ odpovídá teoretickému složení fáze Al_2Fe . Pravděpodobně ale došlo ke vzniku fáze Al_5Fe_2 . Mapy plošné analýzy barevně odlišují jednotlivé prvky a fáze – hliník je vybarven tmavě červenou, železo modrou a vzniklé intermetalikum fialovou barvou. Z mappingu vyplývá, že žíhaný nástřik má 75,1 at.% Al a 24,9 at.% Fe (*tab. 5*). Plošná analýza byla provedena i pro detail železné částice, nově vzniklé intermetalikum a hliníkové částice (*viz obr. 78 c*). Barevné odlišení železa a hliníku bylo zachované. Železo je vyznačeno modrou barvou a hliník červenou. Na detailu plošné analýzy je viditelná fáze, která se nachází okolo železné částice a která je zabarvená do fialové barvy. Tato fáze je nově vzniklé intermetalikum.

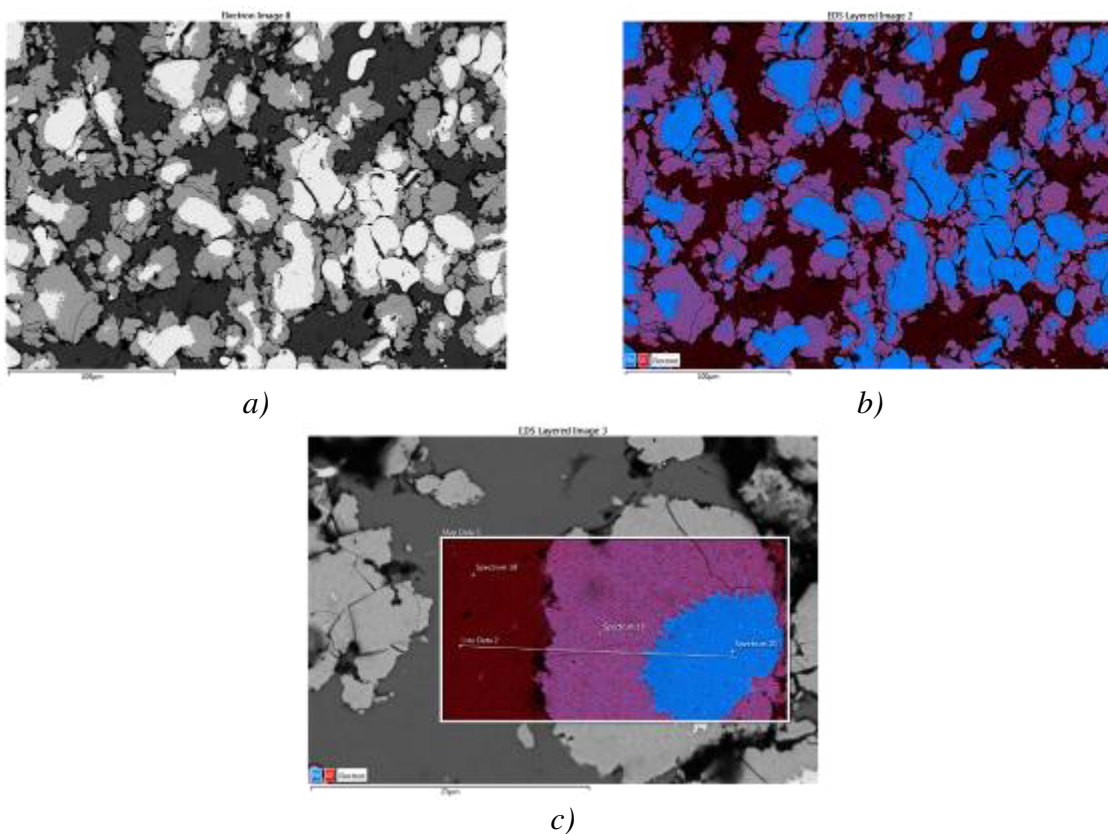
Na *obr. 79* jsou snímky z rastrovacího elektronového mikroskopu dokumentující reliéf lomu. Lom má v místech porušení štěpný charakter. Těchto míst, ve kterých došlo k lomu, není příliš mnoho. Příčinou může být zvýšená porezita a dekoheze železných částic od hliníkových. Na lomové ploše lze pozorovat útvary nově vzniklé intermetalické fáze, neroztavené částice železa a zbytky částic hliníku. V místě porušení intermetalika se vyskytují štěpné fazety, z čehož vyplývá, že se porušilo štěpným lomem. Mikrotvrдость dosahovala hodnoty u částic hliníku 33 HV0,01 a u částic železa 316 HV0,01. Mikrotvrдость intermetalické fáze byla 1193 HV0,01.



Obr. 76: Snímky vzorku žíhaného na 550 °C, REM: a) 100×, b) 500×, c) 1000×



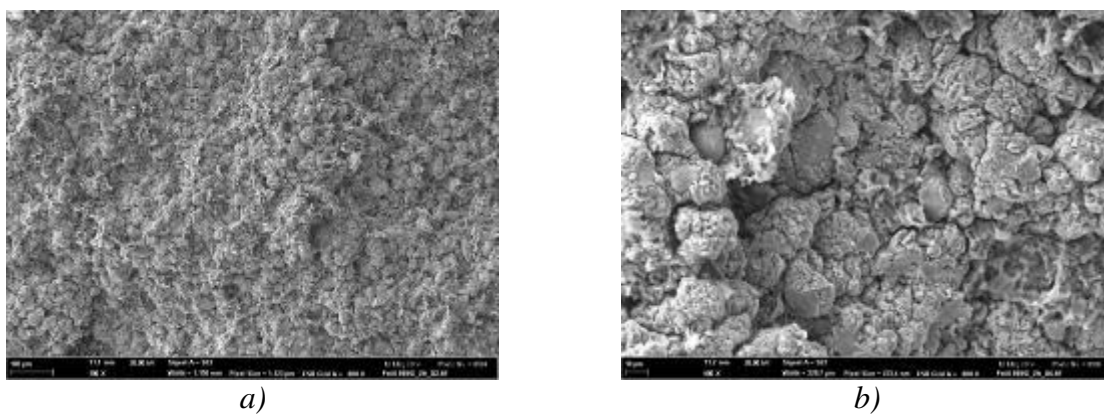
Obr. 77: Lineární analýza chemického složení: a) zobrazení analyzovaného místa, b) výsledný graf



Obr. 78: EDS mapping: a) zobrazení analyzované plochy, b) výsledek analýzy: Fe – modrá barva, Al – červená barva, c) detailní snímek pro EDS mapping a lineární analýzu

Tab. 5: Přehled prvků a jejich množství z provedené plošné analýzy

FeAl I 550°C	
Prvek	At. %
Fe	75,1
Al	24,9



Obr. 79: Snímky dokumentující lomovou plochu vzorku FeAl 550 °C, REM: a) 100×, b) 500×

4.9.5 Vzorek žíhaný na teplotě 600 °C (2 hod.)

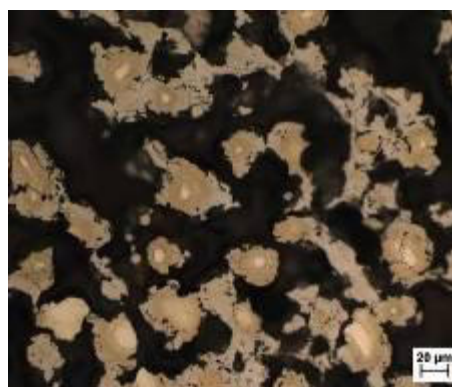
Mikrostruktura vzorku žíhaného na teplotě 600 °C je zaznamenána na *obr. 80* a *obr. 81*. Celý vzorek je značně porézni, přičemž lze pozorovat enormní nárůst porezity oproti předchozímu vzorku. Největší porezity bylo dosaženo uprostřed vzorku, kde byla celá struktura nesouvislá. V těchto místech se materiál spíše nenacházel a vzorek byl v této části v podstatě bez materiálu. Okolo tohoto místa byla vytvořená jemná nesouvislá necelistvá struktura. Na okrajích vzorku se nacházely oblasti masivnějšího charakteru, které byly spolu víceméně propojené. V mikrostruktuře je vyloučena jemná lamelární struktura spolu s tuhými roztoky (viz *obr. 81*). Dále se v ní nachází oblasti nerozpuštěných částic železa. Oblasti, v nichž existuje lamelární směs, jsou malé a dosahují často velikosti okolo 10 µm. Opačná situace panuje u tuhých roztoků. Tyto tuhé roztoky pokrývají téměř celou plochu zreagovaných míst na výbrusu. Na snímcích jsou také patrné částice, které mají jehlicovitý tvar na ploše výbrusu. Tyto částice vznikají většinou v tuhých roztocích, které jsou bohaté na železo. Dle analýzy na rastrovacím elektronovém mikroskopu se pravděpodobně se jedná o Al_2O_3 .

U tohoto vzorku byly provedeny lineární a plošné analýzy, které jsou na *obr. 82* a *obr. 83*. Lineární analýza procházela přes oblast tuhých roztoků až zbylé částice železa. Tuhý roztok, v němž začíná lineární analýza, byl složen zhruba z 60 at.% Al a 40 at.% Fe. Na tento tuhý roztok navazuje druhý tuhý roztok, který je bohatší na železo (zhruba 70–80 at.% Fe v oblasti o velikosti 10 µm). Tuhé roztoky s různým obsahem hliníku jsou pravděpodobně fáze FeAl. Tento tuhý roztok přímo navazuje na zbylou částici železa (100 at.% Fe). Menší oblasti lamelárních směsí by měly být pravděpodobně vytvořeny z fází FeAl + FeAl₂. Struktura vzorku je tvořena z 51,5 at.% Fe a z 48,5 at.% Al dle plošné analýzy (*tab. 6*). Na výsledku z plošné analýzy jsou modře zabarveny oblasti výskytu železa a červeně oblasti hliníku. Jak je patrné na *obr. 83*, ve struktuře se stále vyskytuje větší množství menších zbytků železných částic. Čistě červeně zabarvené oblasti zde nejsou viditelné. Zbytek struktury nástřiku je zabarven fialově, z čehož vyplývá, že muselo dojít ve vzorku k difúzi. Pravděpodobně došlo ke vzniku intermetalických fází v celém objemu vzorku mimo vyskytující se částice železa.

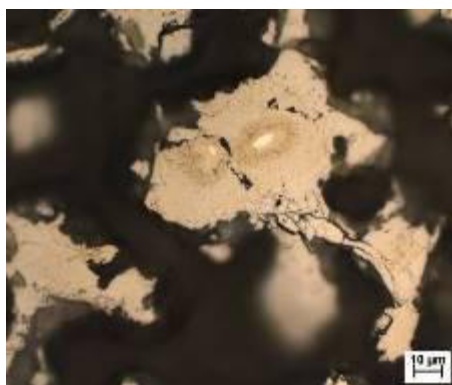
Lomové plochy jsou zdokumentovány na *obr. 84*. Jednotlivé části vzorku nebyly spolu navzájem velmi propojené, což je patrné na *obr. 84 b*). Kromě tohoto je zde viditelná i velká porezita ve vzorku. Lom měl štěpný charakter. Na detailním snímku (viz *obr. 84 c*)) jsou pozorovatelné štěpné fazetky. Mikrotvrdost tohoto vzorku byla 1040 HV0,025. Jelikož je mikrostruktura celého vzorku velmi jemná a částice nástřiků dosahují malých rozměrů, nebylo na tomto vzorku možné změřit další konkrétní oblasti – jako například lamelární strukturu. Toto bylo z jedné části způsobeno také vybavením tvrdoměru.



a)

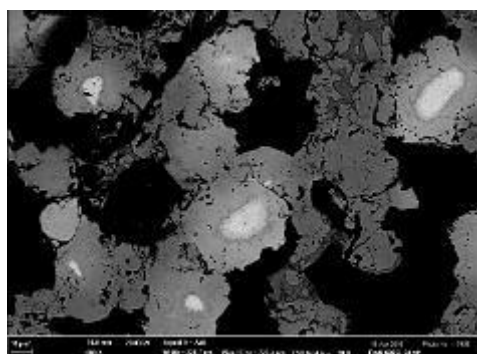


b)

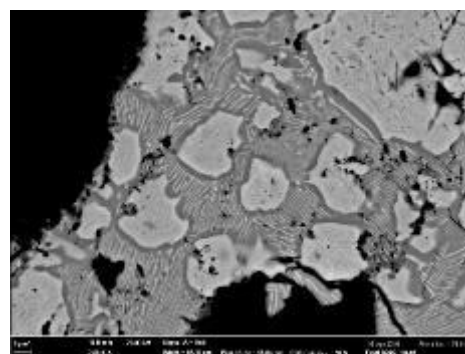


c)

Obr. 80: Snímky dokumentující vzorek FeAl I 600 °C, SM: a) 100×, b) 500×, c) 1000×

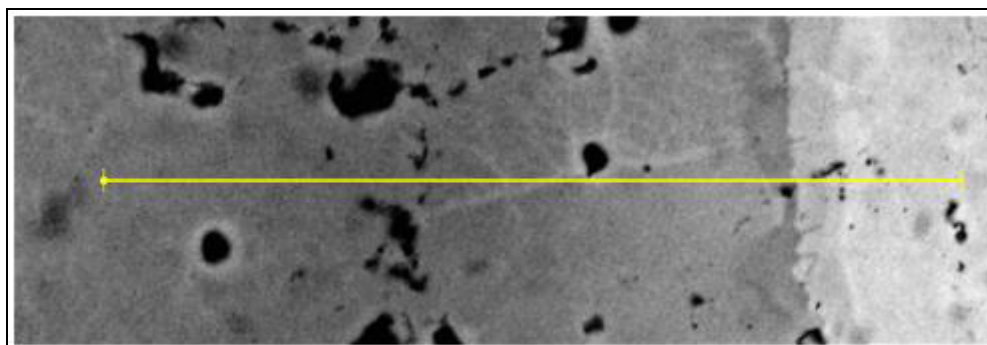


a)

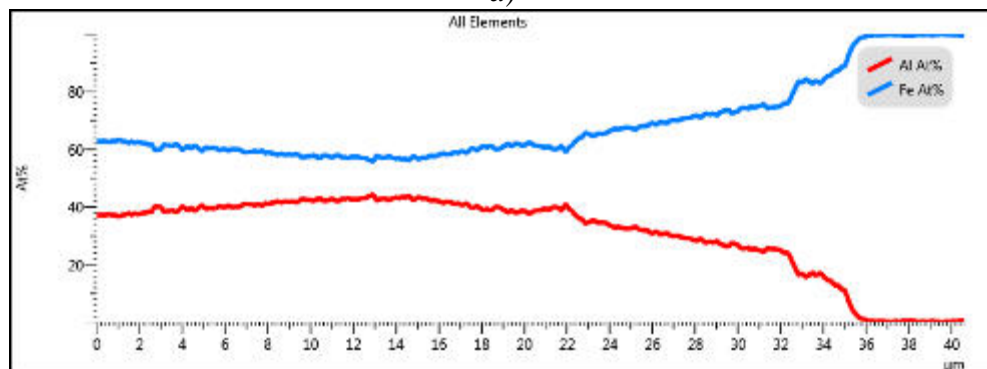


b)

Obr. 81: Snímky vzorku žíhaného na 600 °C, REM: a) 500×, b) 2000×

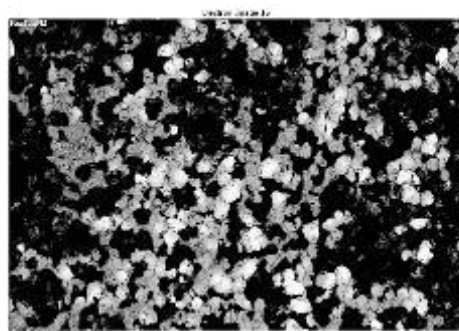


a)

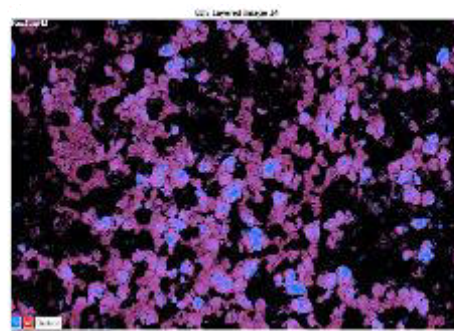


b)

Obr. 82: Lineární analýza chemického složení: a) zobrazení analyzovaného místa, b) výsledný graf



a)

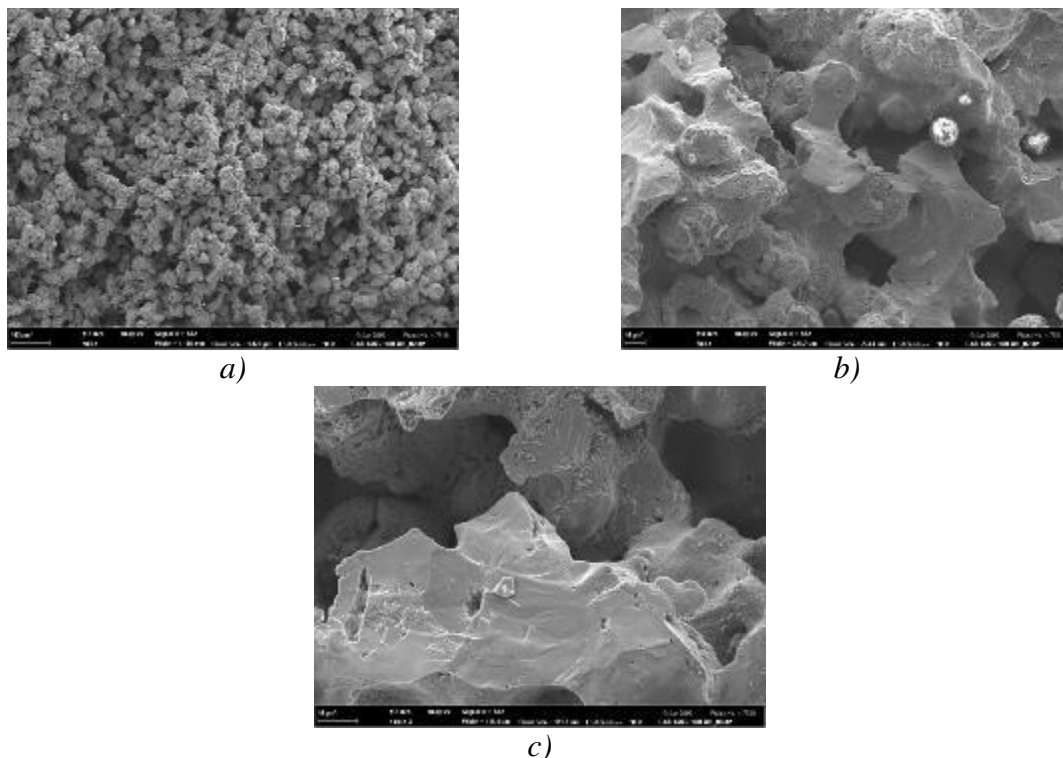


b)

Obr. 83: EDS mapping: a) zobrazení analyzované plochy, b) výsledek analýzy: Fe – modrá barva, Al – červená barva

Tab. 6: Přehled prvků a jejich množství z provedené plošné analýzy

FeAl I 600°C	
Prvek	At.%
Fe	51,5
Al	48,5



Obr. 84: Snímky lomové plochy, SM: a) 100 \times , b) 500 \times , c) 1000 \times

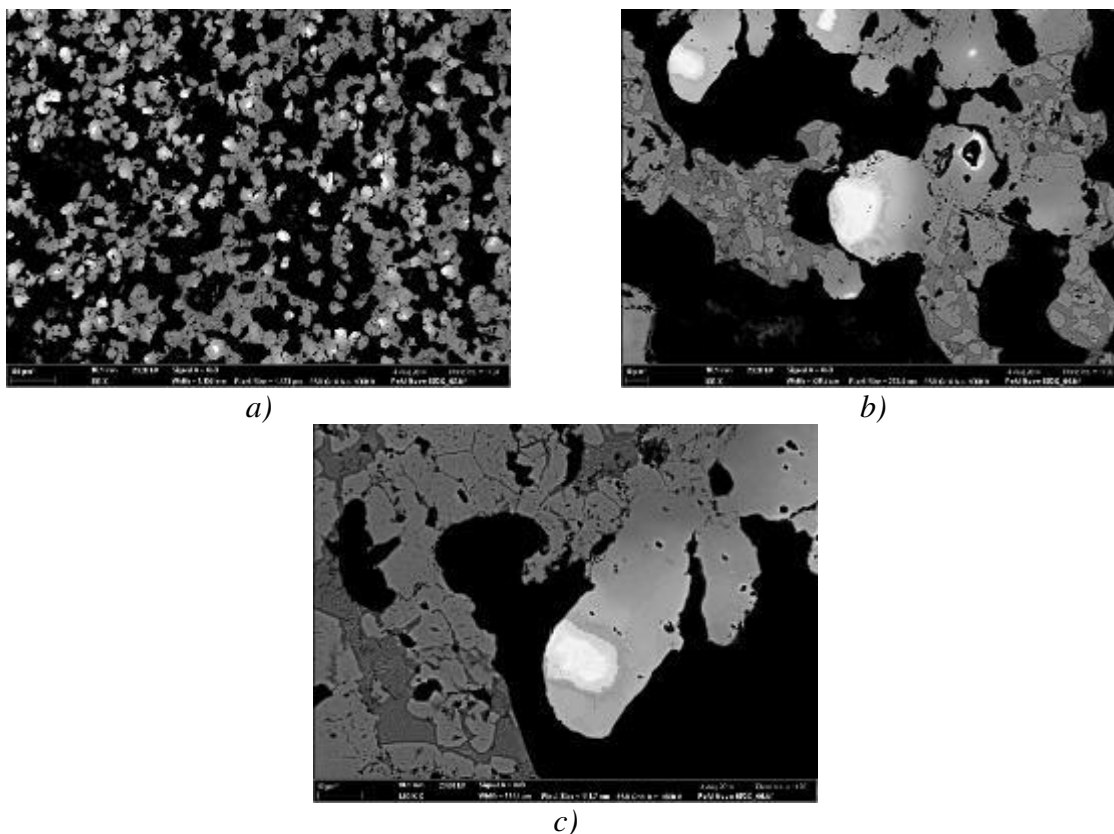
4.9.6 Vzorek žíhaný na teplotě 650 °C (2 hod.)

Teplota tavení čistého hliníku je 660 °C. Použitá teplota žíhání je v podstatě na hranici tavení částic hliníku ve struktuře. I přesto si vzorek dokázal zachovat svůj původní tvar. Celý vzorek je velmi nehomogenní. Mikrostruktura tohoto vzorku je zaznamenána na *obr. 85*. Zdá se, že došlo k poklesu v množství porezity v tomto vzorku oproti minulému. Opět zde dochází k tomu, že ve středu vzorku jsou částice drobnější než na okrajích vzorku. Okrajové oblasti vzorku mají masivnější charakter. Rozměry všech částic a oblastí vzniklých na této žíhací teplotě jsou větší, než jak tomu bylo v minulém vzorku. Ve vzniklé mikrostruktuře se nachází nerozpuštěné částice železa, většinou zreagované oblasti hliníku a několik různých intermetalických fází. Jedny intermetalické fáze jsou v podobě tuhého roztoku, druhé v podobě lamelární směsi a další v podobě síťoví. Toto může být způsobeno přípravou nástřiku, kdy nanášení částic bylo nerovnoměrné. Ve struktuře se nachází intermetalika vyloučená do hrubší a jemnější lamelární struktury. Hrubší lamelární struktura dosahuje 0,74 μm mezilamelární vzdálenosti, jemnější lamelární struktura zase má 0,32 μm velikost mezilamelární vzdálenosti. Nejčastěji k vyloučení jehlicovitých útvarů dochází v oblastech, ve kterých se nachází tuhý roztok bohatý na železo. Jehlice jsou dle analýzy tvořeny fází Al_2O_3 .

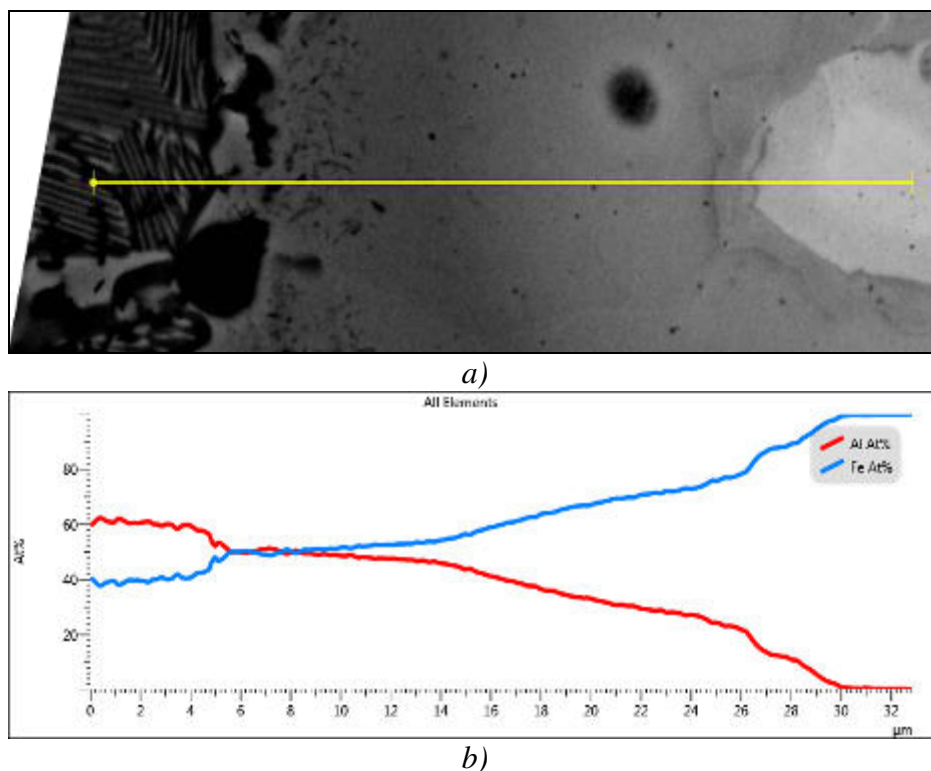
Ve struktuře se dále nachází přechody mezi jednotlivými tuhými roztoky a částicemi železa. Tyto oblasti intermetalických tuhých roztoků jsou tvořeny okolo nerozpuštěných částic železa. Přímou u železa se nejprve nachází intermetalikum s vyšším obsahem železa, vedle kterého je následně vzniklé intermetalikum s nižším obsahem železa (viz *obr. 86*). Intermetalický tuhý roztok je tvořen v oblasti, která má obsah železa od 80 at.% do 50 at.%. Výsledky bodových a plošných analýz naznačují, že se jedná pravděpodobně o fázi FeAl , která je více či méně bohatá na železo. Lamelární struktura má obsah železa zhruba

od 60 at.% do 40 at.%. Nástřík je tvořen dle plošné analýzy z 54,7 at.% Fe a z 45,3 at.% Al (viz *obr. 87* a *tab. 7*). Z bodových a plošných analýz vyplývá, že je lamelární struktura tvořena pravděpodobně směsí fází FeAl + FeAl_2 .

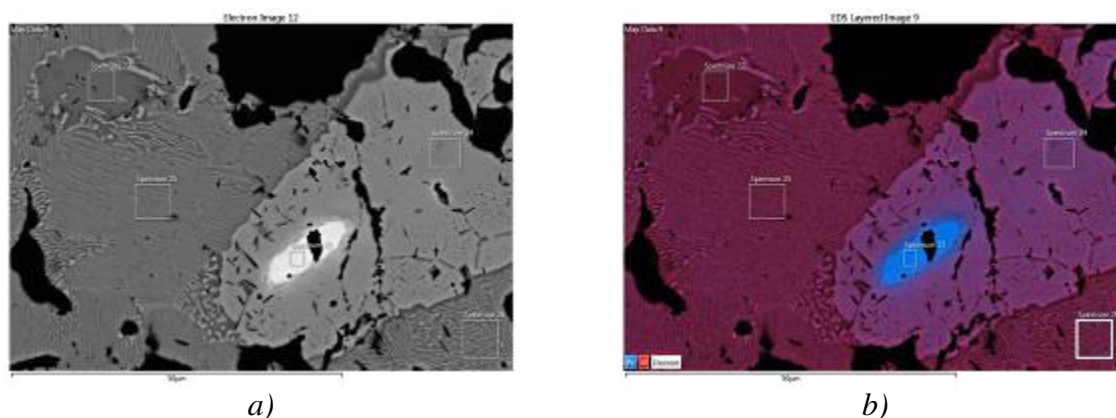
Lomová plocha je zdokumentována na *obr. 88*. Na snímcích lomové plochy je patrná velká porezita vzorku. Došlo-li v některých místech k lomu tepelně zpracovaného nástříku, lom měl štěpný charakter. Charakter lomu tedy zůstal oproti předchozímu vzorku zachován. Matrice vzorku dosahovala mikrotvrdosti 1056 HV0,01 a lamelární struktura 988 HV0,01.



Obr. 85: Snímky nástříku žíhaného při 650 °C, REM: a) 100×, b) 500× a c) 1000×



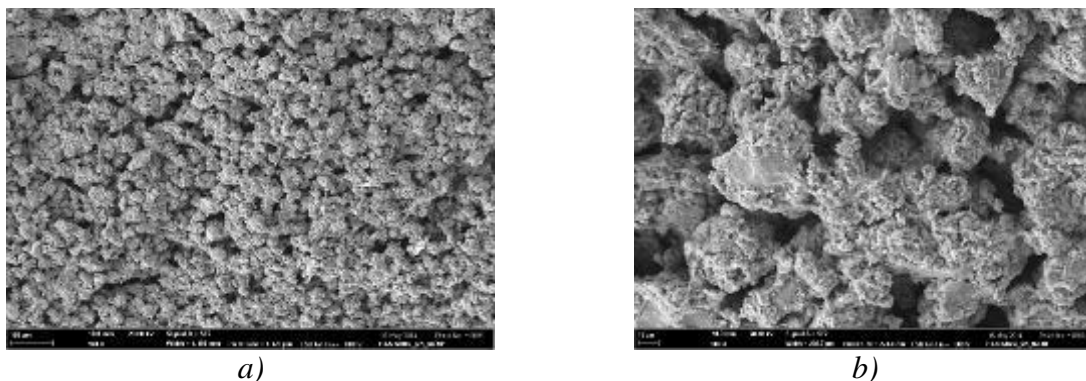
Obr. 86: Lineární analýza chemického složení: a) zobrazení analyzovaného místa, b) výsledný graf



Obr. 87: EDS mapping: a) zobrazení analyzované plochy, b) výsledek analýzy: Fe – modrá barva, Al – červená barva

Tab. 7: Přehled prvků a jejich množství z provedené plošné analýzy

FeAl I 650°C	
Prvek	At. %
Fe	54,7
Al	45,3



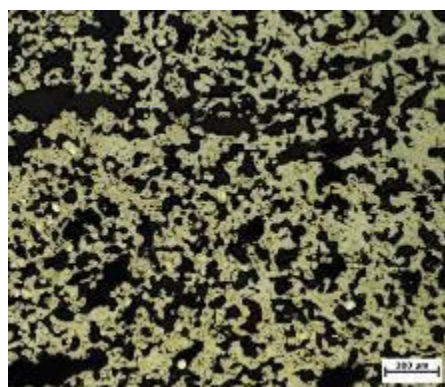
Obr. 88: Snímky lomových ploch, REM: a) 100×, b) 500×

4.9.7 Vzorek žíhaný na teplotě 700 °C (2 hod.)

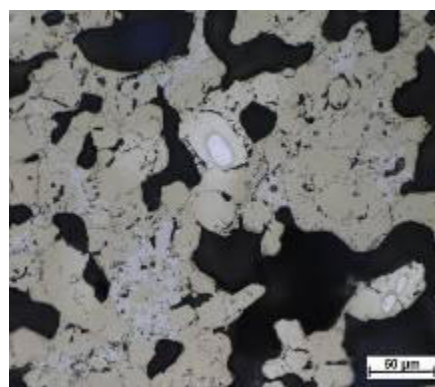
Při této teplotě žíhání již byla překročena teplota tavení čistého hliníku. I když byla teplota vyšší, nástřík se stále neroztavil, ale zachoval si svůj původní tvar. Tento jev by mohl souviset s tím, že se intermetalické fáze mohly vytvořit postupně se zvyšující se teplotou. Tímto způsobem by mohl vzniknout intermetalický skelet, který si uchoval tvar vzorku. Struktura vzorku je nehomogenní a je tvořena nerozpuštěnými částicemi železa a různě vyloučenými intermetalickými fázemi. Na *obr. 89 c)* a *obr. 90* jsou patrné fáze, jež jsou vyloučené jak v podobě lamelární směsi, ve tvaru síťoví, tak i přímo v oblastech tuhých roztoků. Lamelární struktura se vyskytuje v hrubší a jemnější podobě. Pro hrubou lamelární směs byla naměřena 0,91 μm mezilamelární vzdálenost a pro jemnější směs zase 0,35 μm . Na těchto snímcích je také patrný nárůst porezity oproti teplotě 650 °C. Na snímcích lze vidět přechody mezi jednotlivými intermetalickými tuhými roztoky. Na ploše vzorku byly opět zřetelné jehlicovité útvary, jež se nacházely převážně v tuhých roztocích bohatých na železo. Tyto jehlicovité útvary jsou pravděpodobně vyloučenou fází Al_2O_3 .

Nejlepší zobrazení tuhých intermetalických roztoků bylo dosaženo pomocí lineární analýzy, viz *obr. 91*. Na této analýze je možné vidět přechod od nerozpuštěného zbytku částice železa přes intermetalické roztoky s různým obsahem železa. S narůstající vzdáleností od částice železa klesá množství železa rozpuštěného v intermetalikách. První tuhý roztok má složení přibližně 85 at.% Fe a 15 at.% Al. Druhý tuhý roztok je složen z 65 at.% Fe a z 35 at.% Al. Výsledky bodových analýz naznačují, že se opět jedná pravděpodobně o fázi FeAl. Lamelární struktura ve vzorku je pravděpodobně vytvořená ze směsi fází FeAl + FeAl₂. Z výsledků plošné analýzy vyplynulo, že analyzovaná struktura je tvořena z 51,5 at.% Fe a z 48,5 hm.% Al, viz *obr. 92*.

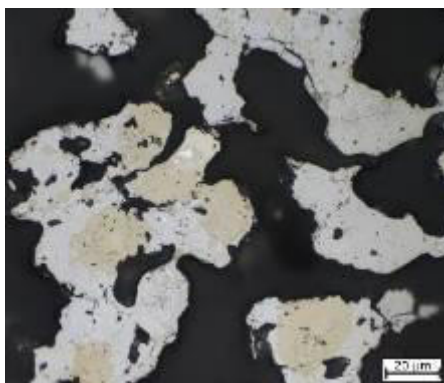
Lom měl štěpný charakter, viz *obr. 93 b)*. Na snímcích lomu je zachycena velká porezita, kterou tento vzorek vykazoval. Dále je patrné, že míst, v nichž došlo k lomu, je velmi málo. Mikrostruktura tohoto vzorku byla pro matrici 822 HV0,01 a pro lamelární směs 1028 HV0,01.



a)

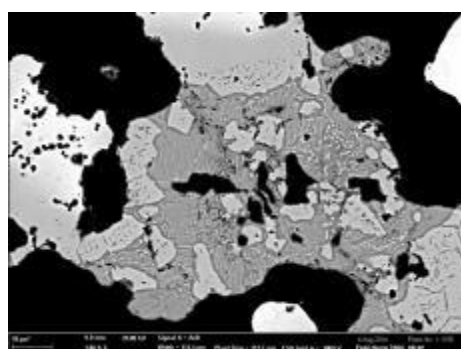


b)

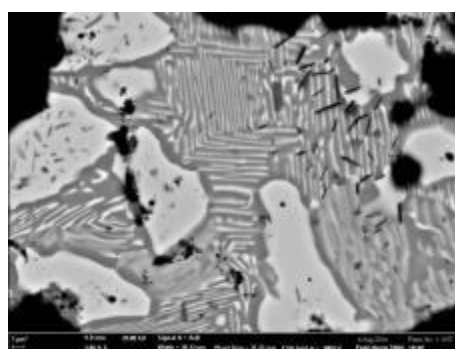


c)

Obr. 89: Mikrostruktura vzorku žíhaného na 700 °C, SM: a) 100×, b) 500× a c) 1000×

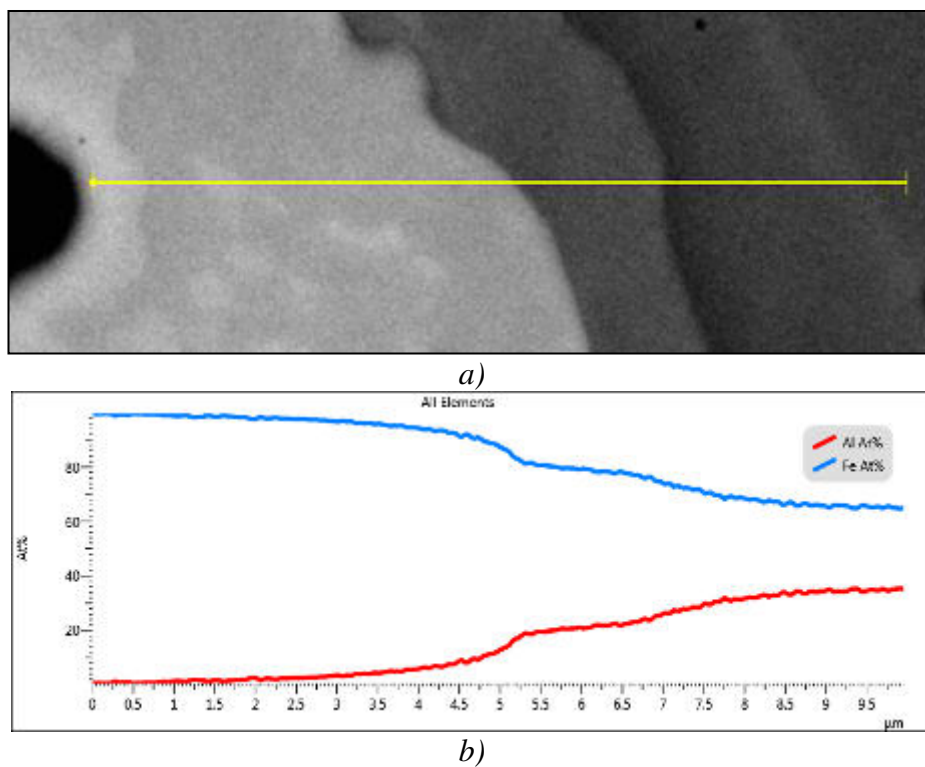


a)

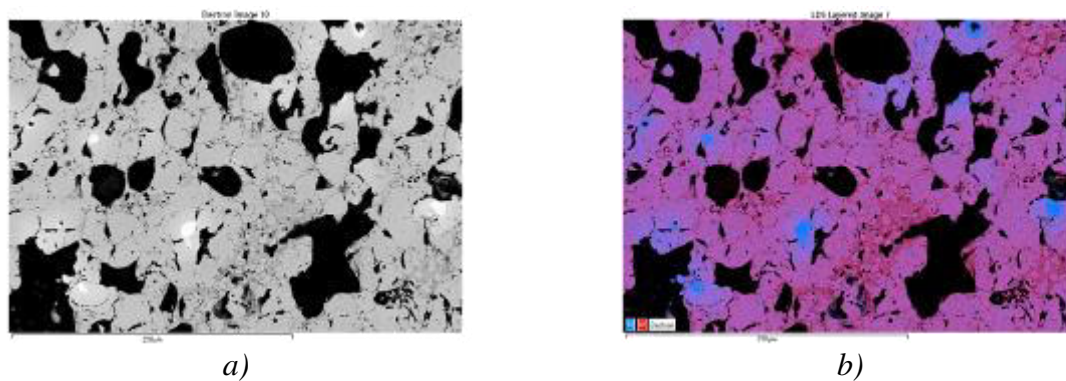


b)

Obr. 90: Snímky mikrostruktury vzorku žíhaného na 700 °C, REM: a) 1000×, b) 3000×



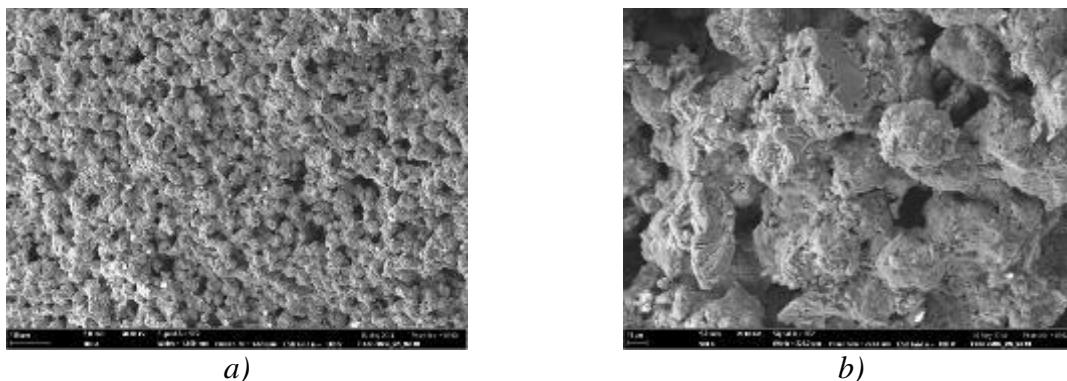
Obr. 91: Lineární analýza chemického složení: a) zobrazení analyzovaného místa, b) výsledný graf



Obr. 92: EDS mapping: a) zobrazení analyzované plochy, b) výsledek analýzy: Fe – modrá barva, Al – červená barva

Tab. 8: Přehled prvků a jejich množství z provedené plošné analýzy

FeAl I 700°C	
Prvek	At. %
Fe	51,5
Al	48,5



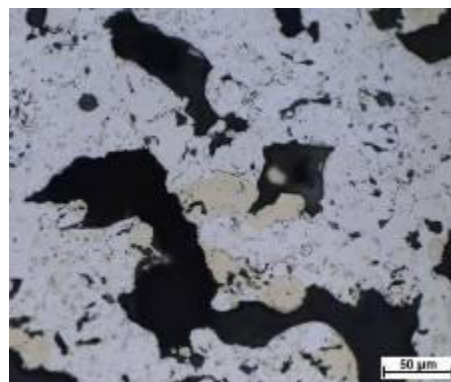
Obr. 93: Snímky dokumentující lomovou plochu, REM: a) 100×, b) 500×

4.9.8 Vzorek žíhaný na teplotě 750 °C (2 hod.)

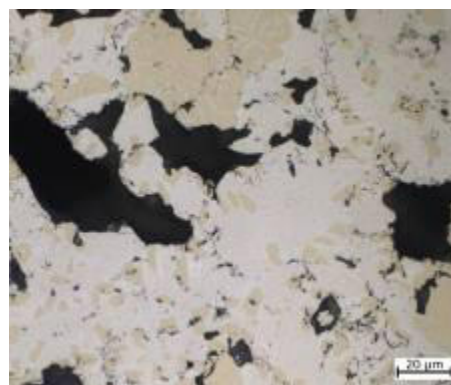
Tepelné žíhání vzorku bylo provedeno na teplotě, která přesahuje teplotu tavení čistého hliníku přibližně o 90 °C. I přesto ale nedošlo k roztavení vzorku. Vzorek si opět zachoval svůj původní tvar. Zachování tvaru vzorku by mohlo souviset se vznikem intermetalického skeletu během ohřevu materiálu. Na *obr. 94* si lze povšimnout, že vzorek má velmi heterogenní a porézní strukturu. Tato struktura je tvořena nerozpuštěnými částicemi železa, lamelární směsí, tuhými roztoky a fázemi vyloučenými v podobě sít'oví. Množství lamelární směsi je větší než u předešlého vzorku (*obr. 95, obr. 96*). Jednotlivé lamelární struktury na sebe většinou navazují a přecházejí jedna v druhou. Lamelární směs má hrubší a jemnější strukturu. Hrubší lamelární směs má 1,25 μm mezilamelární vzdálenost a jemnější lamelární struktura má 0,41 μm velikost mezilamelární vzdálenost. U fáze vyloučené v podobě sít'oví naopak došlo k úbytku jejího množství ve struktuře oproti předchozímu vzorku. Oblasti tuhých roztoků se rozšířily a zabírají větší plochu výbrusu, než tomu bylo u předcházejících vzorků. Ve struktuře vzorku vznikly jehlicovité útvary, které se nacházely jak v lamelární směsi, tak i v oblastech tuhých roztoků. Ve struktuře vzorku vznikly přechody intermetalických tuhých roztoků takovým způsobem, že se okolo nerozpuštěného zbytku železné částice vytvořilo intermetalikum s vyšším obsahem železa a se vzrůstající vzdáleností od této částice klesal obsah železa ve vzniklých intermetalikách.

Na rastrovacím elektronovém mikroskopu byla provedena lineární analýza, která začínala v lamelární struktuře, pokračovala přes tuhý roztok a končila v železné částici. Z provedené lineární analýzy (*obr. 97*) vyplývá, že daná lamelární struktura obsahuje přibližně 60 at.% Al a 40 at.% Fe. Tato lamelární struktura přechází v tuhý roztok, jenž je tvořen z železa a hliníku v poměru 50:50. Čím je tuhý roztok blíže železné částici, tím obsahuje více železa (až do 65 at.% Fe a 35 at.% Al). Za tímto tuhým roztokem ukazuje lineární analýza mírný skok ve složení a následuje další tuhý roztok, který je tentokrát složen ze 75 at.% Fe a z 25 at.% Al. Dle bodových a plošných analýz je tuhý intermetalický roztok tvořen pravděpodobně fází FeAl. Lamelární struktura je na základě výsledků z plošných a bodových analýz pravděpodobně tvořena směsí fází FeAl + FeAl₂. Z plošných analýz vychází, že se ve vzorku vyskytuje 40,8 at.% Fe a 59,2 at.% Al (viz *obr. 98 a tab. 9*). Provedená plošná analýza na detailu mikrostruktury je na *obr. 99*.

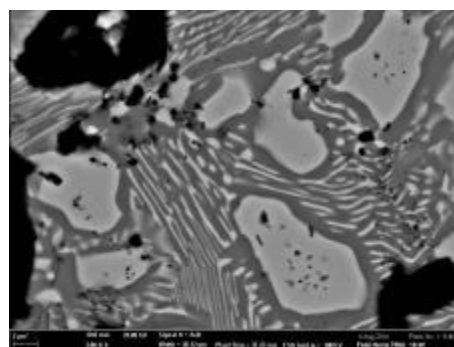
Lom měl štěpný charakter. Jak dokumentuje snímek lomové plochy (*obr. 100*), lze si i zde povšimnout nárůstu porezity oproti předchozímu vzorku. Tato porezita ale není stále tak velká, jako u vzorku žíhaného na teplotě 600 °C. Na lomové ploše se podařilo zachytit intermetalické fáze v podobě jemné lamelární struktury a navíc ještě hexagonální částice. Tyto částice jsou dle analýz na rastrovacím elektronovém mikroskopu fáze Al₂O₃. Z jejich



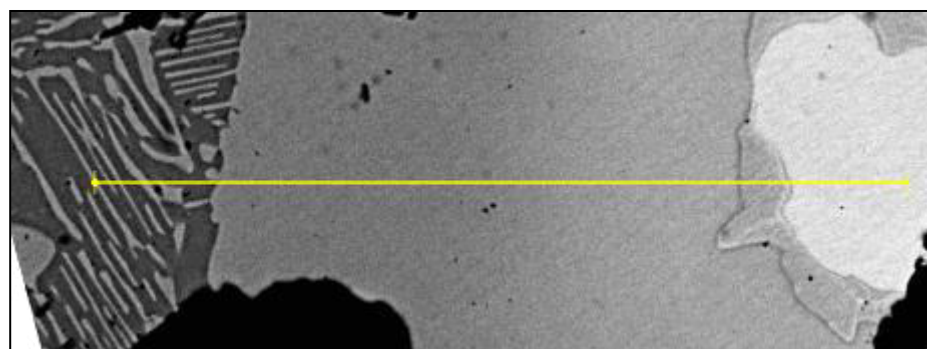
Obr. 94: Mikrostruktura vzorku žihaného na 750 °C, SM: a) 100×, b) 500×



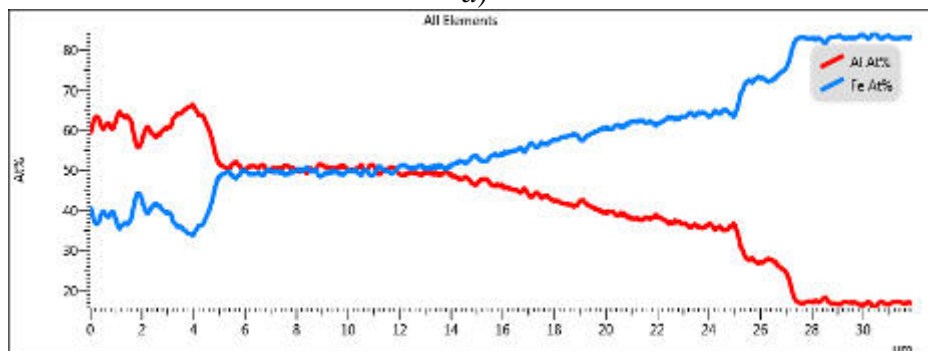
Obr. 95: Snímky vzorku žihaného na 750 °C, SM: a) 500×, b) 1000×



Obr. 96: Snímky mikrostruktury vzorku žíhaného na 750 °C, REM: a) 1000×, b) 3000×

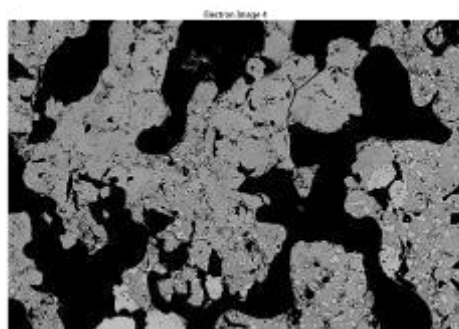


a)

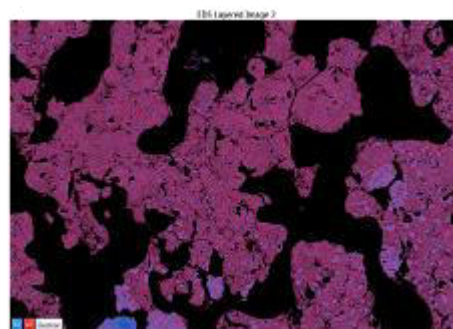


b)

Obr. 97: Lineární analýza chemického složení: a) zobrazení analyzovaného místa, b) výsledný graf

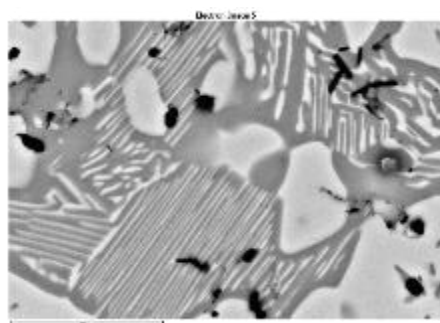


a)

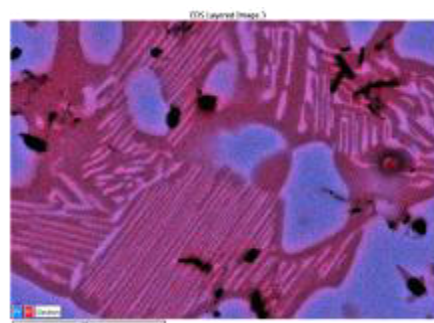


b)

Obr. 98: EDS mapping: a) zobrazení analyzované plochy, b) výsledek analýzy: Fe – modrá barva, Al – červená barva



a)

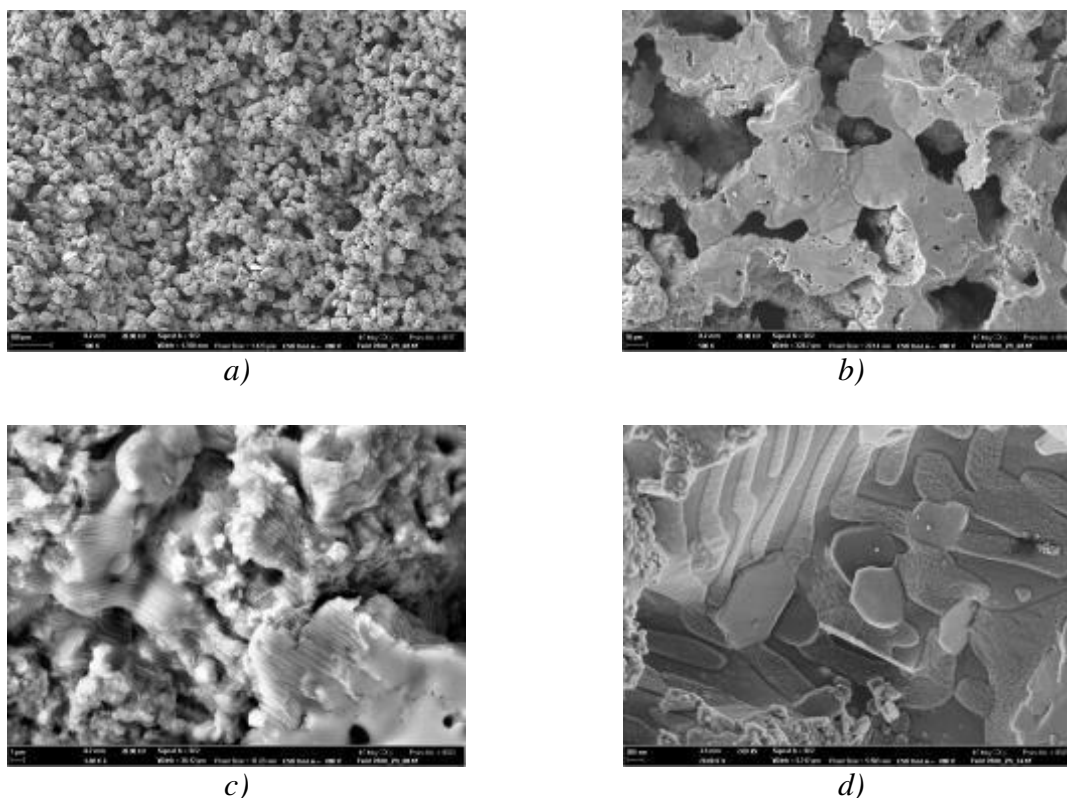


b)

Obr. 99: EDS mapping detailu mikrostruktury: a) zobrazení analyzovaného místa, b) výsledek analýzy: Fe – modrá barva, Al – červená barva

Tab. 9: Přehled prvků a jejich množství z provedené plošné analýzy

FeAl I 750 °C	
Prvek	At. %
Fe	40,8
Al	59,2

**Obr. 100:** Snímky dokumentující lomovou plochu, REM: a) 100×, b) 500×, c) 3000× a d) 20000×

4.9.9 Vzorek žíhaný na teplotě 750 °C (10 hod.)

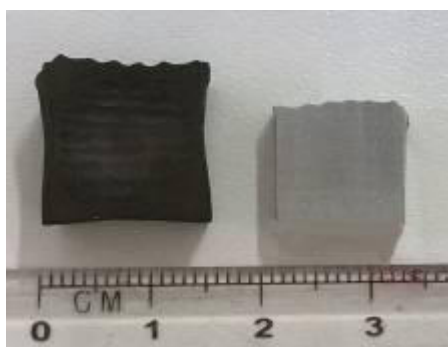
Vzorek podrobený zvýšené výdrži na nejvyšší použité teplotě v experimentální práci si dokázal zachovat i v těchto podmínkách svůj tvar. I s delším časem výdrže nedošlo k žádnému natavení, při kterém by došlo ke změně tvaru zorku. Vzorek se ale lišil od toho, v jakém stavu byl do pece dán. Po vychladnutí se celý zvětšil a zvýraznily se některé vrstvy nanesených částic (viz *obr. 101*). Pro srovnání různých tvarů je na dalším *obr. 102* ukázán nástřík, který byl podroben stejným podmínkám experimentu. Uprostřed vzorku byl vzorek propadlý a na okrajích vystouplý. Z těchto dvou snímků je zřejmé, že propadlé oblasti se zvýrazněnou strukturou nanášení se nachází tam, kde bylo největší množství materiálu a kde byla oblast s nejvyšší teplotou vzorku. Jelikož je v této oblasti největší masa materiálu, muselo zde docházet k pomalejšímu ochlazování. Okraje vzorku se při snížení teploty rychleji ochladily, a proto nyní vykazují odlišný vzhled.

Struktura tohoto vzorku byla tvořena menšími oblastmi zreagovaných částic hliníku a železa, jež spolu většinou byly propojené (viz *obr. 103*). Nejmenší oblasti se nacházely uprostřed vzorku, větší byly na okrajích vzorku. Částice železa byly z větších částí

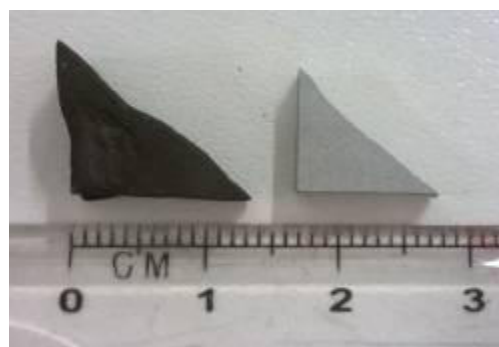
rozpuštěny. Množství pórů ve struktuře se zvýšilo. Celá mikrostruktura je značně heterogenní a lze pozorovat, že se zvětšenou dobou výdrže se určité rozdíly v mikrostruktuře vyrovnávaly. Například rozdíly mezilamelárních vzdáleností mezi hrubší a jemnější lamelární směsí již nejsou tak obrovské jako u předešlých vzorků. Kromě lamelární směsi existují v mikrostruktuře také tuhé roztoky, které jsou bohatší buď na železo, nebo hliník. Zvýrazněné fáze jsou na *obr. 104* z elektronového mikroskopu. Zde je patrná fáze vyloučená v podobě síťoví. Na ploše výbrusu jsou ve struktuře viditelné jehlicovité útvary, jež se nachází hlavně v tuhých roztocích bohatých na železo. Tyto jehlicovité útvary jsou podle analýz fáze Al_2O_3 .

Průběh lineární analýzy vychází ze zbytku převážně železné částice a pokračuje přes různě zreagované oblasti – přes tuhý roztok a lamelární směs, viz *obr. 105*. Částice, v níž se analýza začínala, obsahovala 85 at.% Fe a 15 at.% Al. Na rozhraní této částice a tuhého roztoku dochází k prudšímu poklesu chemického složení až do 65 at.% Fe. Za tímto místem chemické složení nadále klesá, ale ne již tak prudce. V oblasti o velikosti $4\text{ }\mu\text{m}$ a o složení Fe:Al v poměru 50:50 at.% začíná být chemické složení přibližně konstantní. Dále je složení dle lineární analýzy nestálé, což může být zde způsobeno značnou porezitou. Analyzovaná část byla podle výsledků z bodových analýz tvořena pravděpodobně fází FeAl různě bohatou na železo. Tato fáze se v diagramu vyskytuje v širokém rozmezí koncentrace, a je tedy možné, že se vyskytovala ve struktuře v podobě tuhých roztoků o různých koncentracích. Poté následuje lamelární směs, která je vytvořena z 60 at.% Al a ze 40 at.% Fe. Tato lamelární směs by měla být pravděpodobně tvořena směsí fází FeAl + FeAl_2 . V celém nástřiku došlo ke zreagování železa a hliníku a k vytvoření intermetalik. Výjimkou zde ale zůstávají částice, jež jsou tvořené převážně z železa. Toto je zřejmé z plošné analýzy vybrané oblasti na *obr. 106*. Zbytky těchto částic jsou zbarveny světle modrou barvou, oblasti čistého hliníku červenou a vzniklá intermetalika kombinací těchto dvou barev, tedy fialovou barvou. Čistě červené oblasti (oblasti čistého hliníku) se ve vzorku nikde nenachází. Vybraná oblast byla tvořena z 51,4 at.% Al a ze 48,6 at.% Fe (*tab. 10*). Další provedená analýza detailu mikrostruktury je na *obr. 107*.

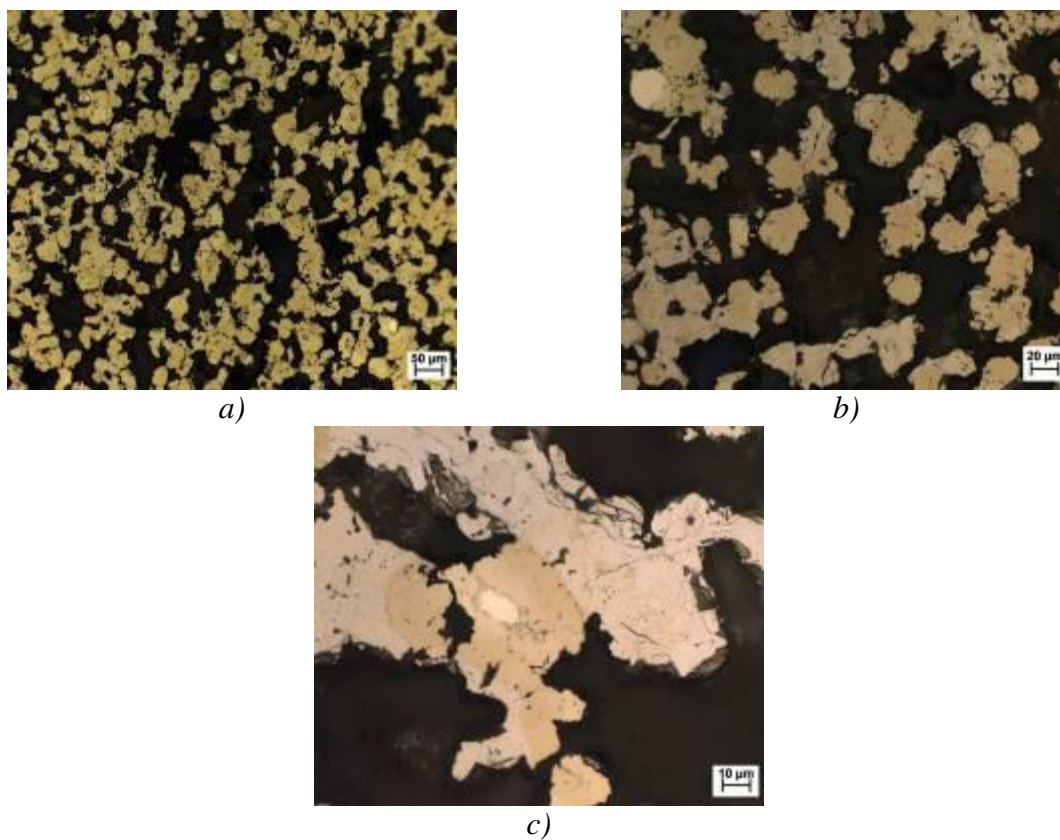
Lomová plocha tohoto vzorku vykazovala známky štěpného lomu. Na prvním *obr. 108 a*) je patrné, že částice nástřiku nejsou na mnoha místech spojené. Na dalším *obr. 108 b*) jsou viditelné štěpné fazetky na lomové ploše. Snímky lomové plochy ukazují, jak velká byla porezita vzorku a na kterých místech existovalo spojení hmoty nástřiku. Mikrostruktura u tohoto vzorku dosahovala hodnoty 543 HV_{0,025} v kolmém směru ke směru nanášení. Po směru nanášení byla mikrotvrdost okolo 802 HV_{0,025}.



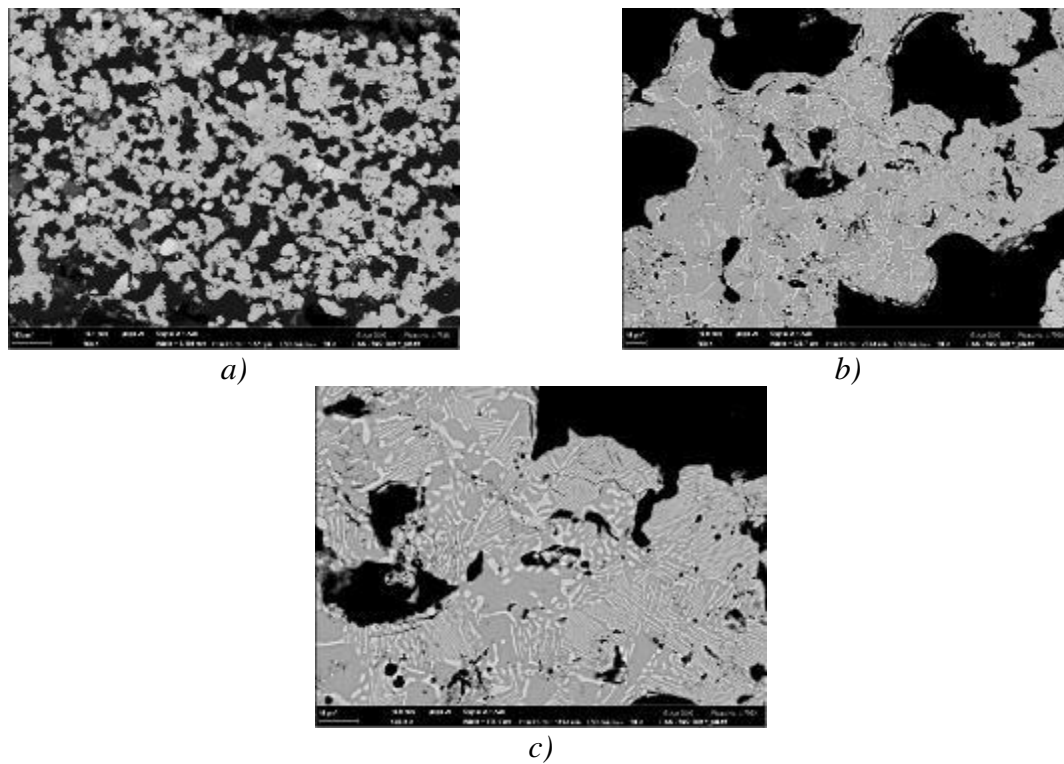
Obr. 101: Vzorek použitý k dalším pokusům a k dalšímu vyhodnocení



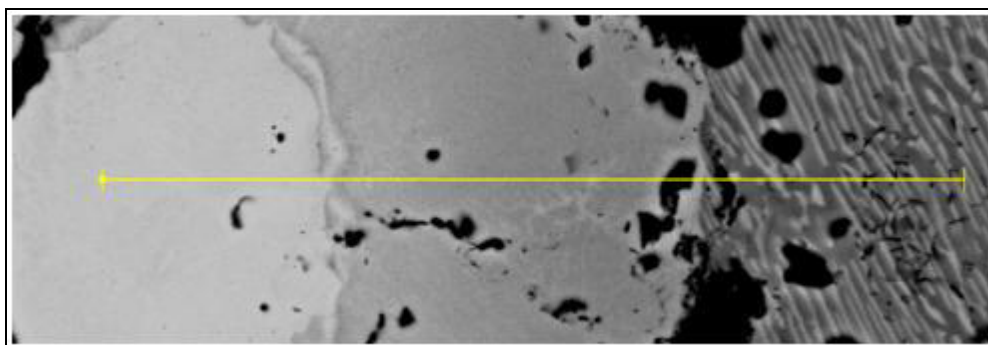
Obr. 102: Stejně zpracovaný vzorek, jenž byl odlišný tvarem



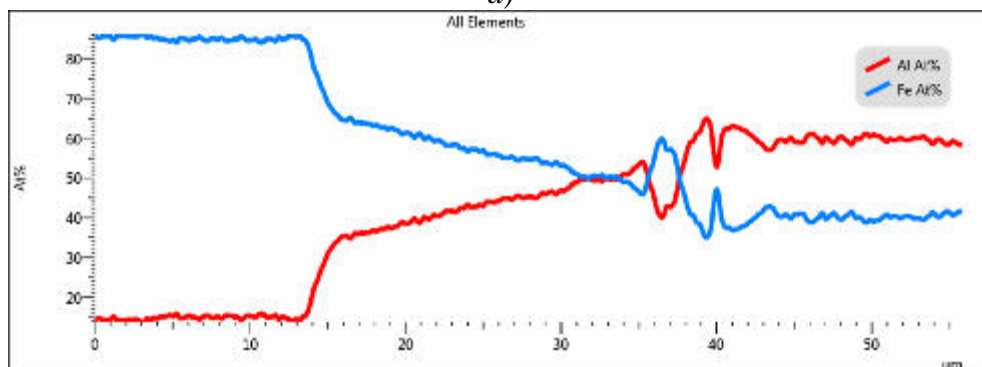
Obr. 103: Snímky dlouhodobě žíhaného vzorku, SM: a) 200×, b) 500× a c) 1000×



Obr. 104: Snímky dlouhodobě žíhaného FeAl I na 750 °C: a) 100×, b) 500×, c) 1000×

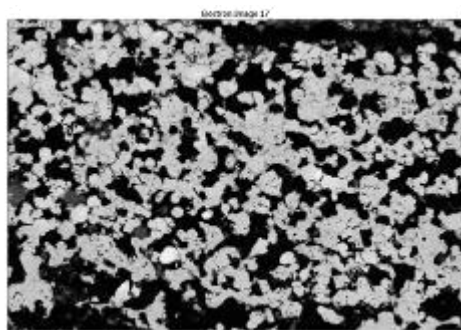


a)

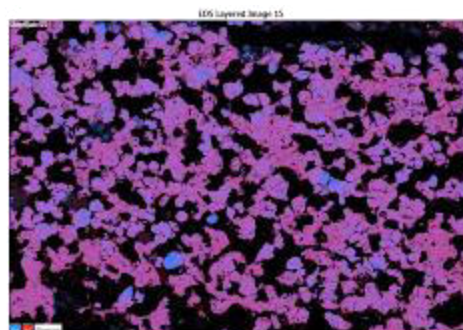


b)

Obr. 105: Lineární analýza chemického složení: a) zobrazení analyzovaného místa, b) výsledný graf

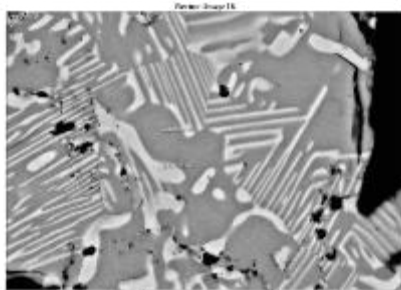


a)

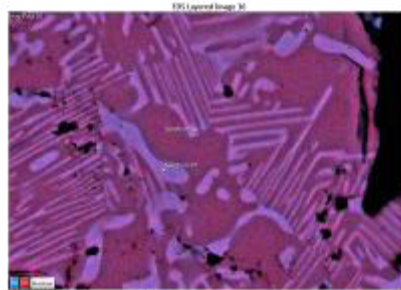


b)

Obr. 106: EDS mapping: a) zobrazení analyzované plochy, b) výsledek analýzy: Fe – modrá barva, Al – červená barva



a)

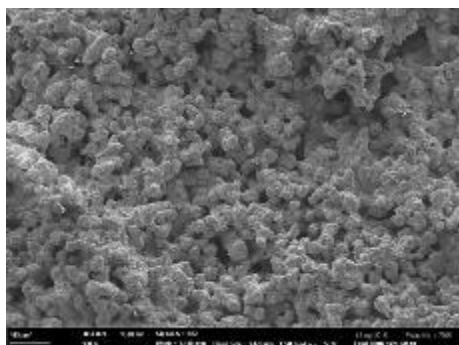


b)

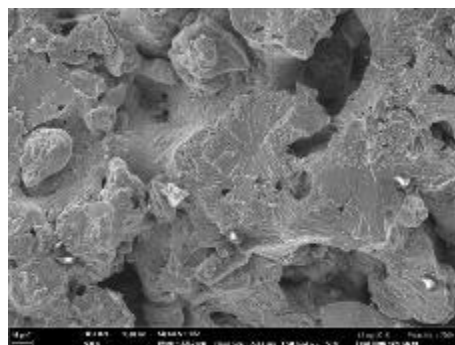
Obr. 107: EDS mapping detailu mikrostruktury: a) zobrazení analyzovaného detailu, b) výsledky analýzy: Fe – modrá barva, Al – červená barva

Tab. 10: Přehled prvků a jejich množství z provedené plošné analýzy

FeAl I 750 °C (10 hod.)	
Prvek	At. %
Fe	48,6
Al	51,4



a)



b)

Obr. 108: Snímky dokumentující lomovou plochu dlouhodobě žíhaného vzorku, REM:
a) 100×, b) 500×

4.9.10 Vzorek žíhaný na teplotě 750 °C (10 hod.), ochlazen do kapalného dusíku

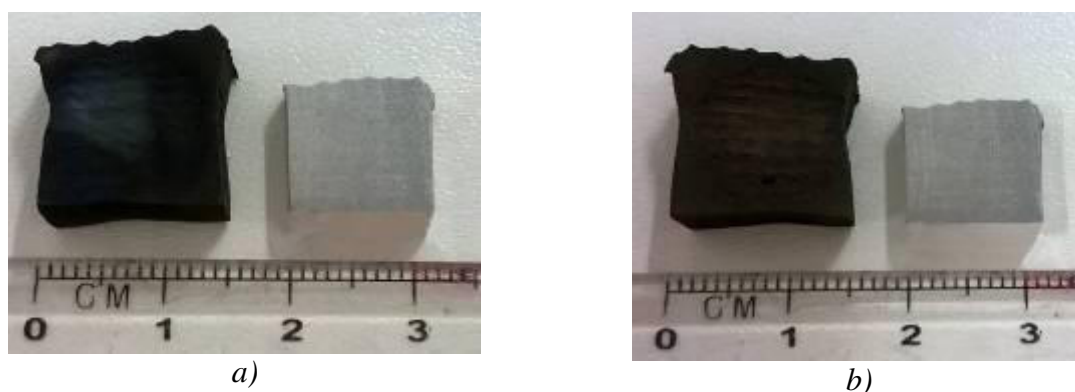
Vzorek ochlazený do kapalného dusíku měl po žíhání také změněny rozměry. U tohoto vzorku se vyskytuje větší deformace v jeho levém horním rohu. Spodní část měl navíc také trochu víc zdeformovanou oproti předchozímu vzorku. A vše, co bylo napsáno o přechodím vzorku ohledně tvaru, platí i pro tento vzorek. Oba vzorky byly podrobeny identickým podmínkám žíhání. Hlavní rozdíl mezi nimi byl dosažen až ochlazením. Zatímco předcházející vzorek byl pomalu dochlazen v peci, tento vzorek byl ochlazen v kapalném dusíku. Důvodem tohoto ochlazení byla snaha zjistit, jestli dojde ke vzniku odlišné struktury, a to z hlediska výskytu fází a pórů. Porovnání rozměrů mezi tepelně nezpracovaným a tepelně zpracovaným vzorkem je zdokumentováno na *obr. 109*.

Struktura vzorku působí mnohem více heterogenně než pomalu ochlazený vzorek. Na okrajích vzorku se vyskytovaly rozměrově největší a nejdelší póry. Mezi těmito velkými póry se nacházely různě rozmístěné středně velké póry. V této části byly i přesto rozměrově větší oblasti nástřiku, které spolu držely. Naopak uprostřed vzorku póry rozdělily tyto oblasti na velmi malé části. Mikrostruktura je zdokumentována na *obr. 110* a *obr. 111*. V mikrostruktuře žíhaného nástřiku byly z větší části rozpuštěné částice železa. Dále se v mikrostruktuře nacházely lamelární směsi a tuhé roztoky, jež obsahovaly buď více železa, anebo hliníku. Existuje zde také fáze vyloučené v podobě sít'oví. Mikrostruktura je v tomto vzorku velmi jemná a všechny oblasti tuhých roztoků, lamelárních směsí pokrývají malé oblasti, které na sebe navzájem navazují. Na některých místech vzorku jsou oblasti tuhých roztoků v převážném zastoupení. Lamelární směs měla oproti předchozímu vzorku jemnější strukturu. Její výskyt ve struktuře je mnohem větší než u pomalu ochlazeného vzorku. Rozdíl mezi hrubější a jemnější lamelární směsí u tohoto vzorku není nijak výrazný. Předchozí struktura měla v mikrostruktuře jednotlivé oblasti, v nichž byla vždy vytvořená určitá fáze. V mikrostruktuře tohoto vzorku jsou ale oblasti často navzájem smíchány. Například v oblastech lamelární směsi vznikly oblasti tuhých roztoků o různých velikostech. Důvodem

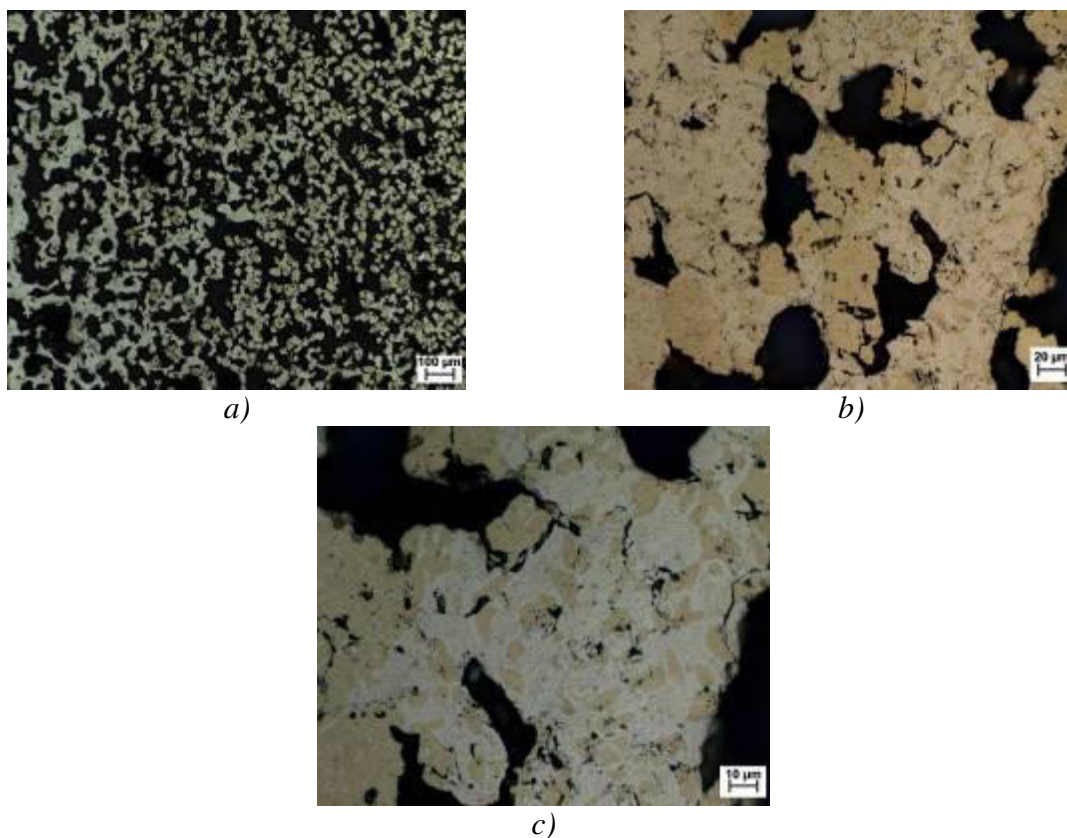
existence těchto navzájem odlišných fází je zastavení probíhající difúze ochlazením do kapalného dusíku. Další fáze, která se ve vzorku nacházela, byla Al_2O_3 . Na ploše výbrusu vytváří jehlicovité útvary, které se vyskytují hlavně v tuhých roztocích bohatších na železo.

Lineární analýza byla provedena přes fázové rozhraní zbytku železné částice, přes tuhý roztok až do lamelární směsi. Záznam z této analýzy je na *obr. 112*. Zbytky železných částic dle této analýzy obsahují přibližně 15 at.% Al. Za touto částicí dochází ke skokové změně chemického složení, poté dochází k jeho mírnému poklesu. V této oblasti je průměrné chemické složení tohoto tuhého roztoku okolo 65 at.% Fe a 35 at.% Al. Výrazný peak analýzy byl způsoben pórem, přes který lineární analýza procházela. Za tímto pórem již následuje oblast s téměř konstantním složením Fe:Al v poměru 53:47 at.%. Lamelární směs vykazuje složení o 60 at.% Al a 40 at.% Fe. Podle bodových a plošných analýz by měla být struktura vzorku pravděpodobně tvořena z fází FeAl a FeAl_2 . Plošná analýza odhalila, že je struktura nástřiku tvořena z 60,2 at.% Al a z 39,8 at.% Fe, viz *obr. 113* a *tab. 11*. Na výsledcích z této analýzy byl čistý hliník zobrazen v červené barvě a železo v modré barvě. Celá plocha vzorku je zabarvena do fialové barvy, což značí to, že došlo k difúzi těchto prvků. Místa, ve kterých je stále větší výskyt železa (zbylé částice železa), mají v sobě již atomy hliníku. Detail mikrostruktury, na němž byla provedena plošná analýza, je pro lepší pozorování a pochopení uveden na *obr. 114*.

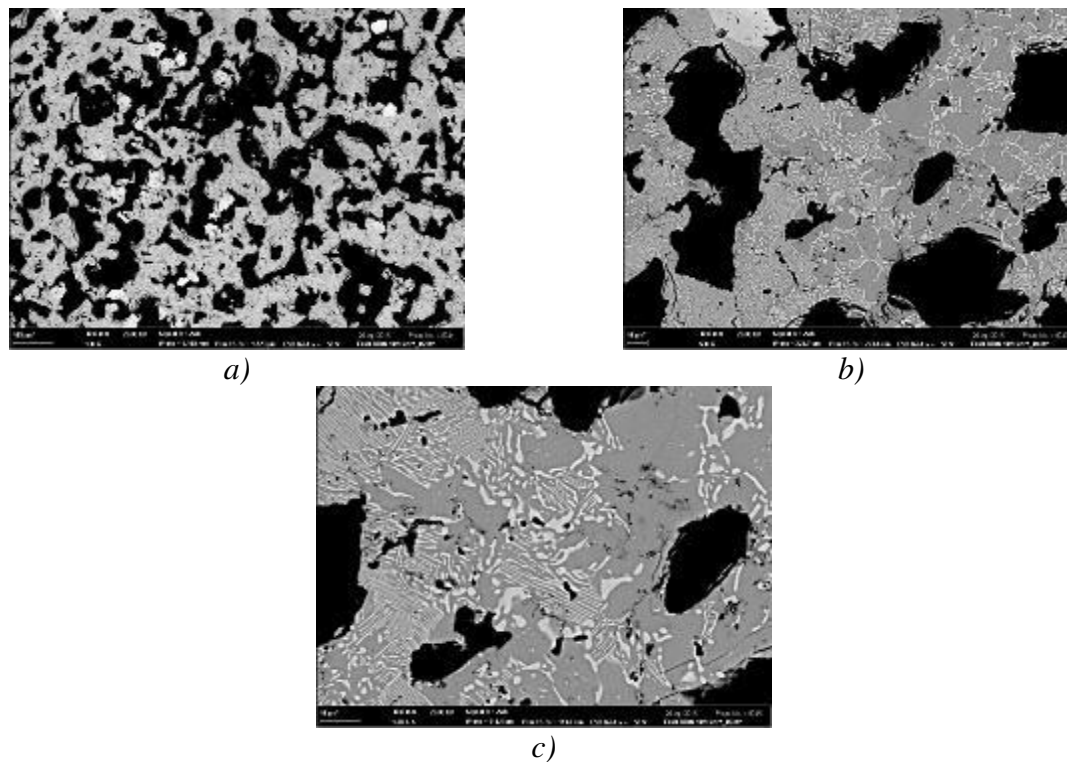
Na *obr. 115* jsou nafoceny lomové plochy. Focení projevu lomu na struktuře vzorku bylo obtížné. Z těchto fotek je zřejmé, že jednotlivé strukturní složky nebyly po žíhání velmi propojené. Po površích tepelně zpracovaného nástřiku byly pozorovatelné vzniklé fáze. Na lomové ploše byl viditelný štěpný lom, který nastal v lamelární struktuře. Mikrotvrdost u tohoto vzorku byla okolo 984 HV_{0,01} v kolmém směru ke směru nanášení částic. Mikrotvrdost ve směru nanášení nástřiku dosahovala hodnoty okolo 1025 HV_{0,01}.



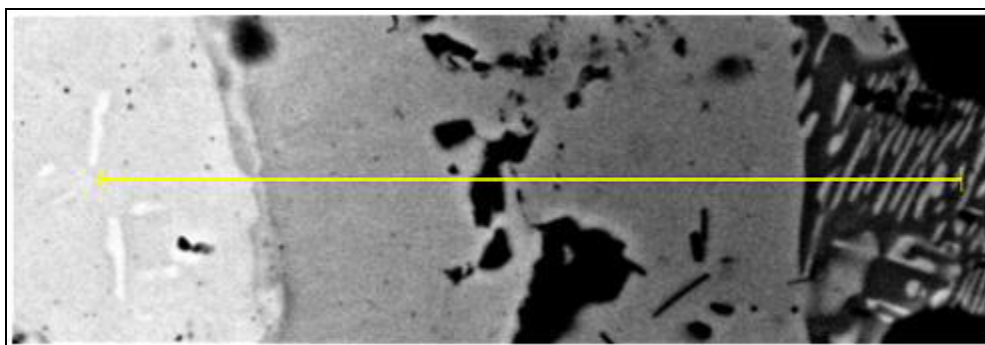
Obr. 109: Fotografie dokumentující vzorek, který byl podrobený dlouhodobé výdrži a který byl ochlazen do kapalného dusíku: a) přední část vzorku, b) zadní část vzorku



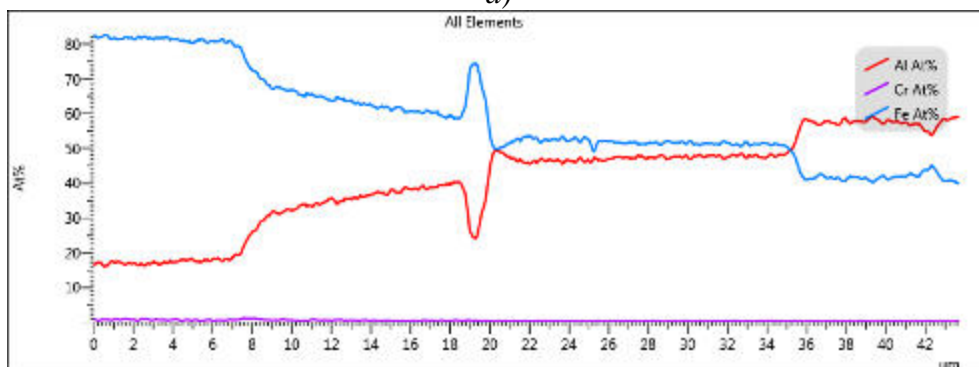
Obr. 110: Snímky mikrostruktury dlouhodobě žíhaného vzorku, jenž byl ochlazen do kapalného dusíku, SM: a) 100×, b) 500× a c) 1000×



Obr. 111: Snímky vzorku FeAl 750 °C, ochlazen do kapalného dusíku (10 hod.), REM: a) 100×, b) 500×, c) 1000×

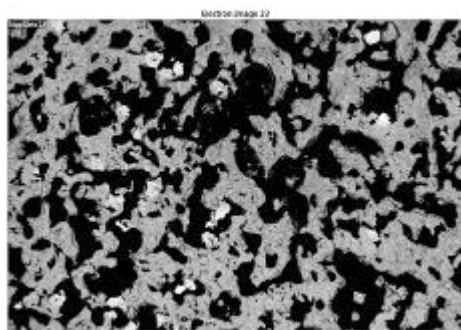


a)

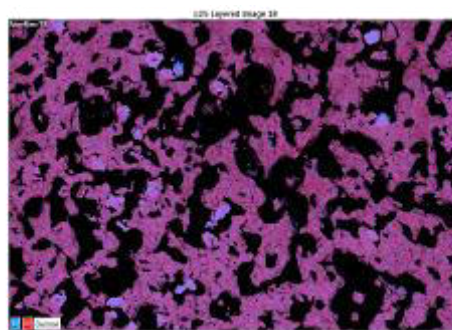


b)

Obr. 112: Lineární analýza chemického složení: a) zobrazení analyzovaného místa, b) výsledný graf

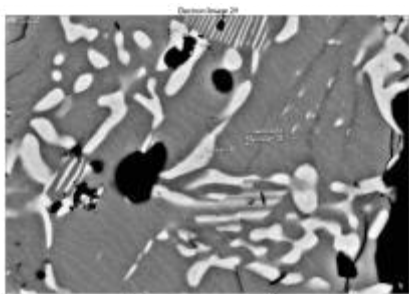


a)

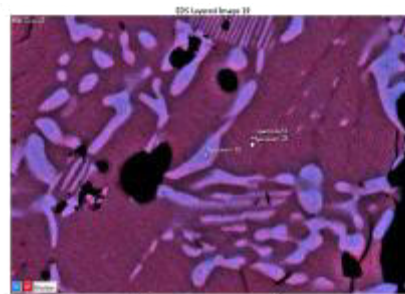


b)

Obr. 113: EDS mapping: a) zobrazení analyzované plochy, b) výsledek analýzy: Fe – modrá barva, Al – červená barva



a)

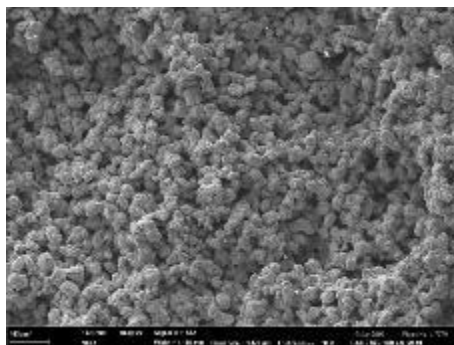


b)

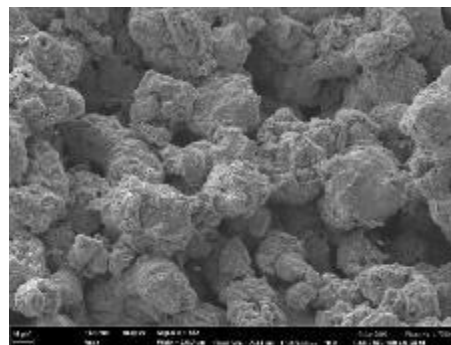
Obr. 114: EDS mapping detailu mikrostruktury: a) zobrazení analyzovaného detailu, b) výsledky analýzy: Fe – modrá barva, Al – červená barva

Tab. 11: Přehled prvků a jejich množství z provedené plošné analýzy

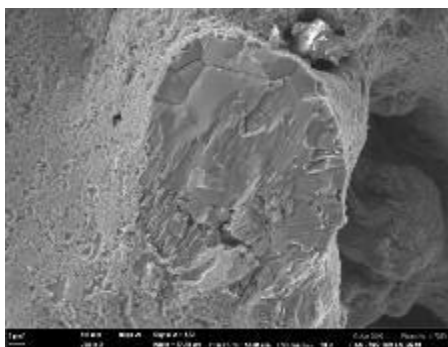
FeAl I 750°C, ochlazen do kapalného dusíku (10 hod.)	
Prvek	At. %
Fe	39,8
Al	60,2



a)



b)



c)

Obr. 115: Snímky dokumentující lomovou plochu, REM: a) 100×, b) 500× a c) 2000×

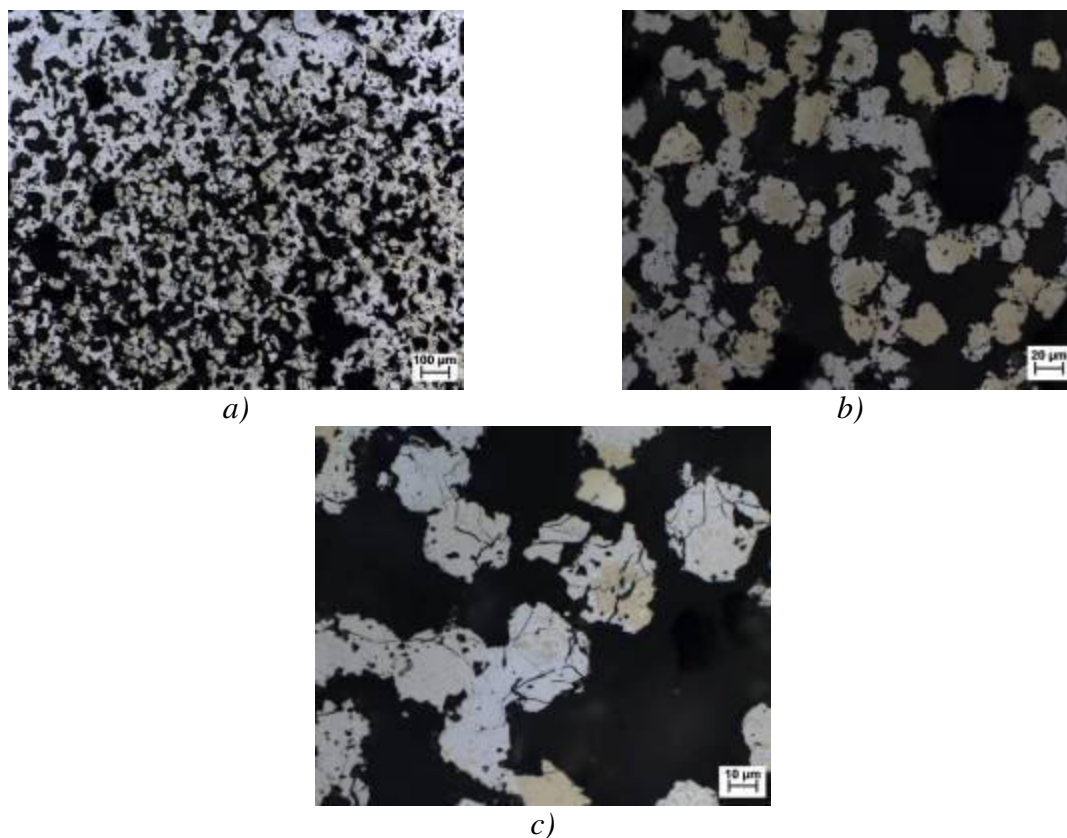
4.9.11 Vzorek žíhaný na teplotě 750 °C (10 hod.) + nízkoteplotní žíhání

V literatuře a různých studiích [28, 31] se uvádí, že u vakantně zpevněných aluminidů železa jde zvýšit houževnatost nízkoteplotním dlouhodobým žíháním. Toto žíhání se může lišit dobou trvání podle složení struktury. Velmi podobný materiál byl uveden v [28], kdy byl materiál Fe–(40–45)Al podroben žíhání na teplotě 400 °C s výdrží okolo 5 dní. Jelikož nebylo možné nechat pec ve školních podmínkách zapnutou 5 dní na 400 °C, byla doba výdrže zkrácená a činila přibližně 106 hodin. Experimentální zjištění houževnatosti nebylo na těchto vzorcích možné. Přistoupilo se tedy pouze na měření mikrotvrdosti. Předpokládalo se, že by měly hodnoty této mikrotvrdosti poklesnout. Vakantní zpevnění je totiž charakterizováno zvýšením pevnosti a tvrdosti daného materiálu, a po žíhání by tedy mělo dojít ke snížení obojího – jak tvrdosti, tak i pevnosti. Tento experiment vznikl za účelem potvrdit anebo alespoň trochu vyvrátit tvrzení o zvýšení houževnatosti u vzorku, jež předtím dosáhly vakantního zpevnění. Otázkou bylo, jestli bude možné získat něco podobného v nástřicích FeAl.

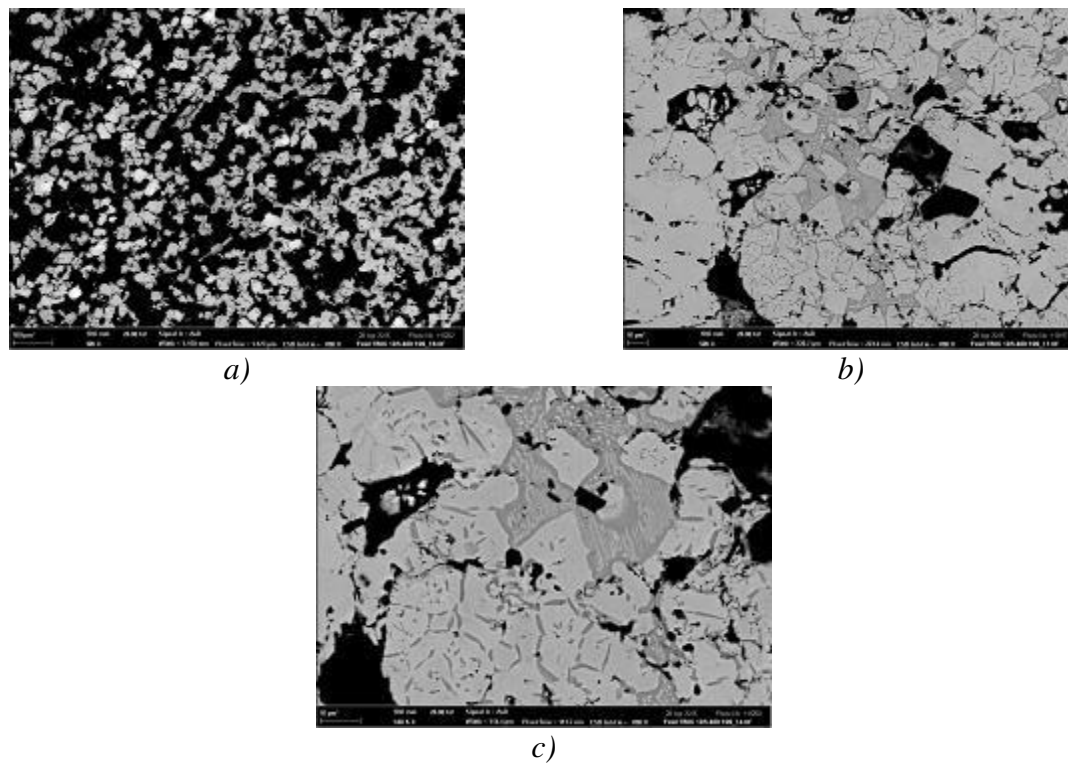
Snímky mikrostruktury jsou dány na *obr. 116* a *obr. 117*. Struktura vzorku byla po nízkoteplotním žíhání více mezi jednotlivými oblastmi nástřiku propojená. Na této teplotě se menší póry spojily s většími a vytvořily tak o něco kompaktnější strukturu, než jaká byla na vzorku bez nízkoteplotního žíhání. V mikrostruktuře existují lamelární směsi, tuhé roztoky a fáze vyloučené v podobě síťoví. Stále jsou patrné nerozpuštěné zbytky železných částic. Mezi tuhými roztoky převládají tuhé roztoky bohatší na hliník než na železo. Lamelární směs je vyloučena v hrubší i jemnější podobě, avšak obě dvě mají mezilamelární vzdálenost větší oproti vzorku žíhanému na teplotě 750 °C s 10 hodinovou výdrží. Oblasti jednotlivých intermetalik zaujímají větší část plochy v tomto vzorku než ve vzorku před nízkoteplotním žíháním. Tyto oblasti zhrubly a zvětšily se. Toto je pravděpodobně způsobeno delší prodlevou na teplotě, při které mohla lépe a déle probíhat difúze jednotlivých atomů. Pomocí difúze se atomy snažily vyrovnat ve struktuře rozdíly v chemickém složení. Při nízkoteplotním žíhání došlo k poklesu výskytu lamelární směsi. Místo ní jsou ve vzorku ve větším zastoupení tuhé roztoky. V mikrostruktuře existuje i fáze Al_2O_3 , která vytváří na ploše výbrusu jehlicovité útvary.

Na tomto vzorku byla opět provedena lineární a plošná analýza. Lineární analýza (*obr. 118*) začínala v tuhém roztoku, který byl tvořen z 63 at.% Fe a 37 at.% Al. Za tímto tuhým roztokem je patrný další tuhý roztok o velikosti 4 μm . Blíže k nerozpuštěné železné částici narůstal obsah železa. Tento růst ustal v místě, jež bylo složeno z 90 at.% Fe a z 10 at.% Al. Tedy tam, kde už existoval zbytek železné částice s malým nadifundovaným množstvím hliníku. Na *obr. 119* je zobrazena oblast ve struktuře vzorku, která byla vybrána pro plošnou analýzu. Podle této analýzy je ve struktuře 50,9 at.% Fe a 49,1 at.% Al (viz *tab. 12*). Modrou barvou je znázorněno železo a červenou hliník. Místa, ve kterých byly částice železa, obsahují z větší části železo, ale rovněž i určité množství hliníku. Výsledky analýzy na snímku, v němž jsou barevně zaznačeny hliník a železo, napovídají, že jsou tyto prvky ve struktuře rozmístěny rovnoměrně. Po celé ploše tak vznikly intermetalické fáze. Podle výsledků z bodových a plošných analýz by se mělo jednat pravděpodobně o fáze FeAl a FeAl_2 .

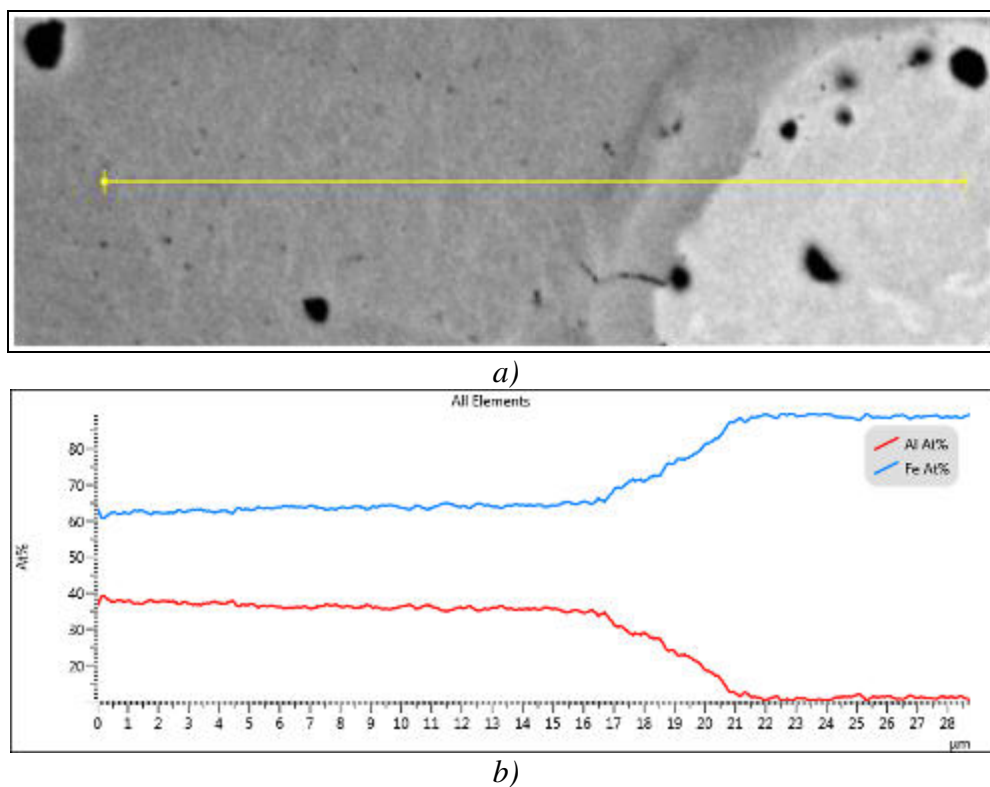
Snímky lomové plochy jsou na *obr. 120*. Na těchto snímcích jsou patrné štěpné fazety. Porušení vzorku nastalo štěpným lomem. Mikrotvrdost lamelární směsi na okraji vzorku byla 1073 HV0,01, uprostřed vzorku 577 HV0,01.



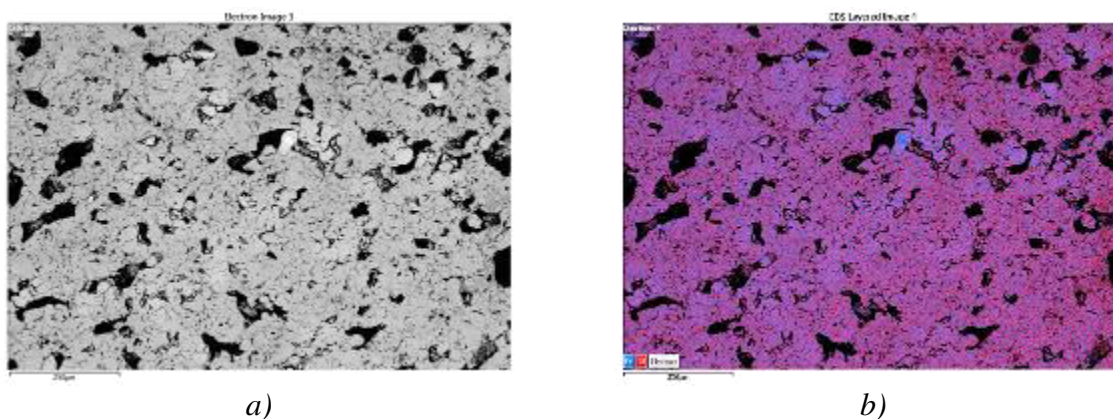
Obr. 116: Snímky mikrostruktury vzorku s nízkoteplotním žíháním, SM: a) 100×, b) 500× a c) 1000×



Obr. 117: Snímky mikrostruktury vzorku, který byl podroben nízkoteplotnímu žíhání, REM: a) 100×, b) 500× a c) 1000×



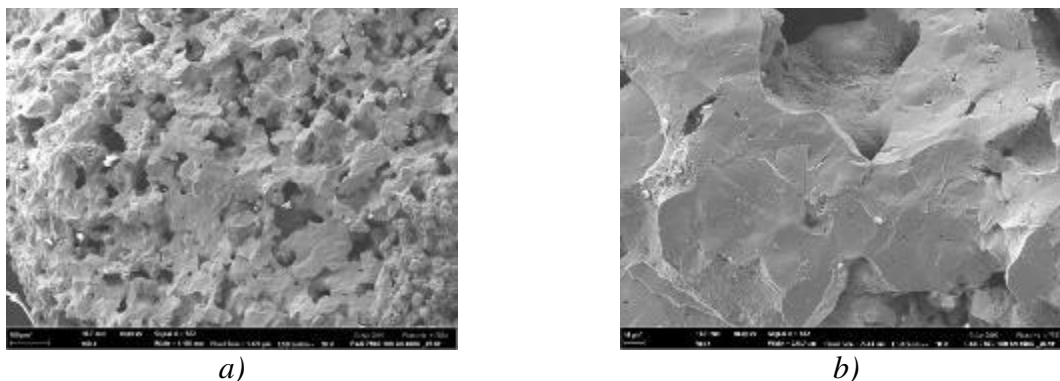
Obr. 118: Lineární analýza chemického složení: a) zobrazení analyzovaného místa, b) výsledný graf



Obr. 119: EDS mapping: a) zobrazení analyzované plochy, b) výsledek analýzy: Fe – modrá barva, Al – červená barva

Tab. 12: Přehled prvků a jejich množství z provedené plošné analýzy

FeAl I kombinace žíhání	
Prvek	At. %
Fe	50,9
Al	49,1



Obr. 120: Snímky dokumentující vzhled lomové plochy, REM: a) 100×, b) 500×

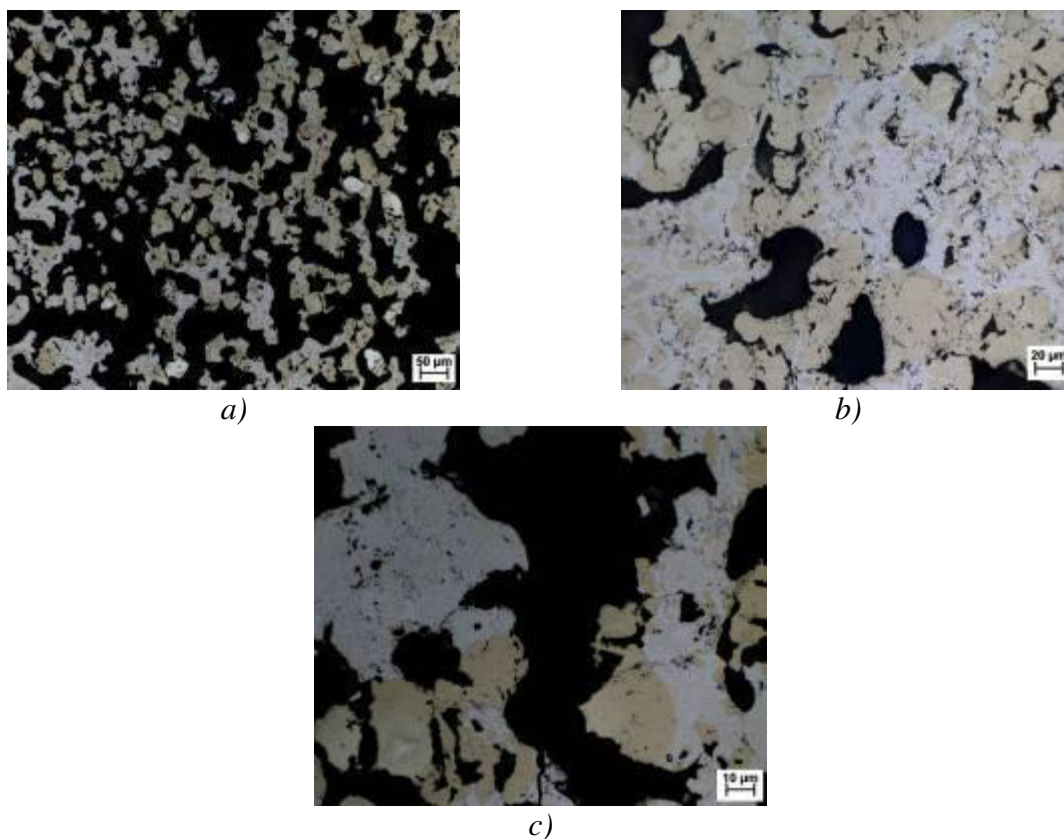
4.9.12 Vzorek žíhaný na teplotě 750 °C (10 hod.), ochlazen do kapalného dusíku, následně podroben nízkoteplotnímu žíhání

Nízkoteplotní žíhání bylo provedeno na teplotě 400 °C po dobu 106 hodin. Porovnájí-li se vzorky před a po nízkoteplotním žíhání, lze pozorovat mezi nimi některé rozdíly. Vzorek po nízkoteplotním žíhání je celkově tvořen souvislejšími oblastmi nástřiku. Póry měly tendenci se shlukovat a vytvářet propojenou porézitu. Na okraji vzorků došlo k nárůstu porezity, takže by se dalo říct, že jsou póry ve struktuře víceméně rovnoměrně rozmístěny. Ve struktuře se opět nacházejí některé zbytky částic železa. Zastoupení jak tuhých roztoků bohatších na železo, tak i tuhých roztoků bohatších na hliník je ve struktuře srovnatelné. Mikrostrukturu vzorku tvoří mimo těchto nerozpuštěných zbytků železa také lamelární směsi, tuhé roztoky a fáze vyloučené v podobě síťoví. Mikrostruktura je opět velmi nehomogenní a je také vytvořená z menších oblastí jednotlivých fází jako u vzorku, který nebyl nízkoteplotně žíhán (viz *obr. 121* a *obr. 122*). V tomto vzorku si lze navíc povšimnout, že oblasti, jež byly původně malé před nízkoteplotním žíháním, jsou po něm zhrublé a zvětšené. Mezilamelární vzdálenosti byly u tohoto vzorku větší než u vzorku bez nízkoteplotního žíhání. Z těchto faktů vyplývá, že díky delší době výdrže probíhala v tomto vzorku difúze a že atomy se s její pomocí snažily vyrovnat rozdílné chemické složení. Místa, v nichž existovaly malé oblasti lamelární struktury spolu s tuhými roztoky, byla postupně zabírána tuhými roztoky. Tímto způsobem se v těchto oblastech následně menšily oblasti lamelární struktury. Lamelární struktura měla větší mezilamelární vzdálenost než u vzorku bez nízkoteplotního žíhání. Fáze v podobě síťoví se ve vzorku vyskytuje v mnohem menší míře, než tomu bylo u vzorku před nízkoteplotním žíháním. Na ploše výbrusu převážně v místech, kde se vyskytují tuhé roztoky bohaté na železo, se nacházely jehlicovité útvary. Tyto útvary jsou podle analýz pravděpodobně fáze Al_2O_3 .

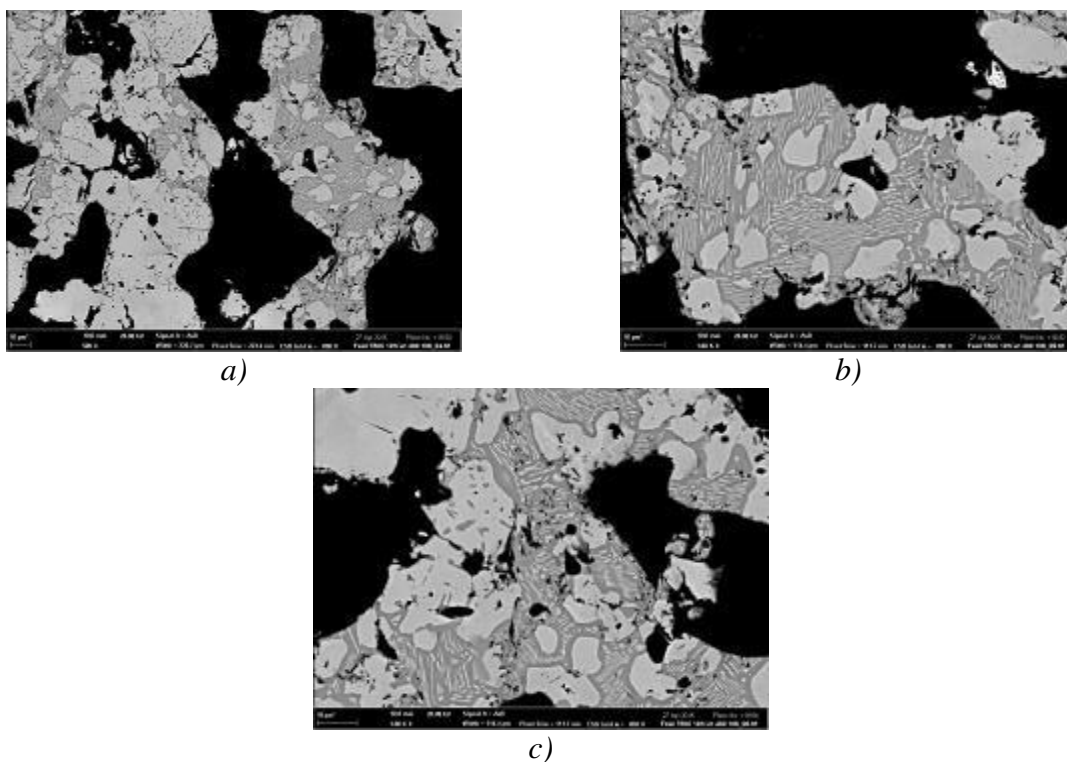
Lineární analýza byla provedena v oblasti, ve kterých byl větší výskyt různých fází (viz *obr. 123*). Tato analýza vycházela z tuhého roztoku o složení Fe:Al v poměru 51:49 at.%. Za tímto tuhým roztokem již bylo chemické složení velmi nevyrovnané. Analyzovanou menší oblastí byla oblast tuhého roztoku s obsahem 65 at.% Al a 35 at.% Fe. V další oblasti lamelární směsi stoupalo až do konce množství hliníku ve struktuře v rozsahu od 54 at.% Al až po 60 at.% Al. Podle výsledků z bodových a plošných analýz jsou fáze vyskytující se ve vzorku pravděpodobně FeAl a FeAl_2 . Struktura takto zpracovaného nástřiku byla tvořena 51,3 at.% Fe a 48,7 at.% Al, viz *obr. 124*. U výsledků plošné analýzy bylo železo opět označeno modrou barvou a hliník červenou. Oblasti, ve kterých by bylo pouze čisté železo, anebo pouze čistý hliník, úplně vymizely. Celá mikrostruktura vzorku je dle výsledků z plošné analýzy zabarvena do fialové barvy. Části, v nichž byly původně zbytky železných

částic, vykazují větší obsah hliníku. A to potvrzuje, že při nízkoteplotním žíhání probíhala difúze.

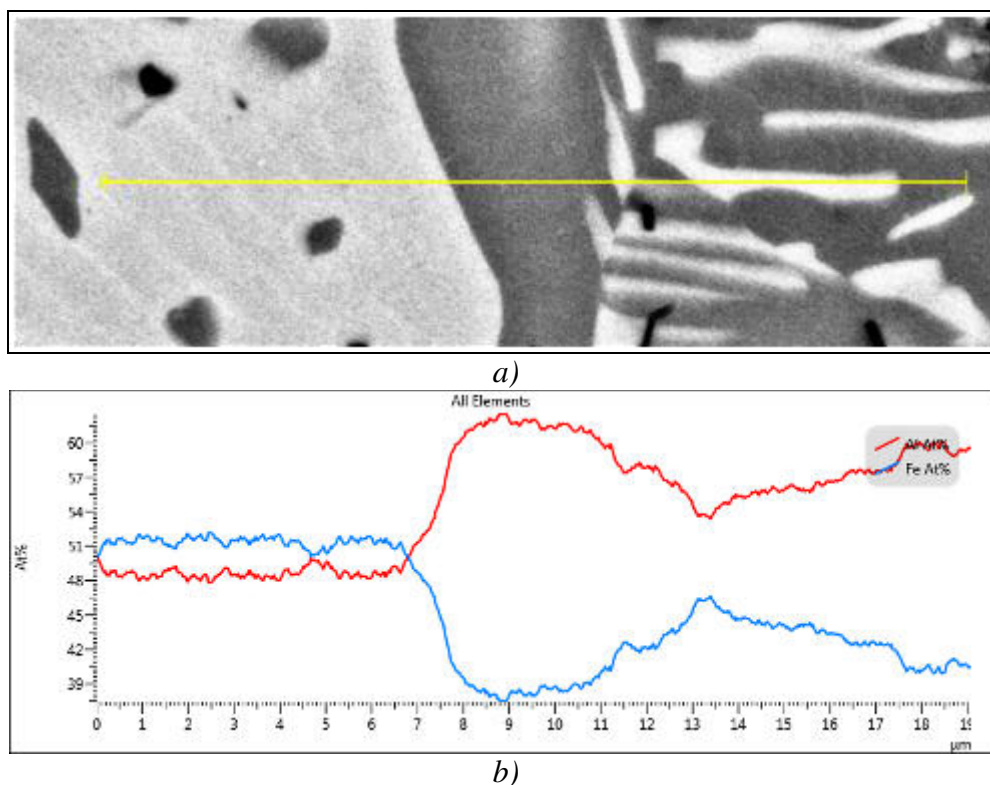
Lomová plocha je vyfocena na *obr. 125*. Z této lomové plochy je také jako v případě stejného vzorku bez nízkoteplotního žíhání zřejmé, že jednotlivé strukturní složky netvoří spolu souvislé oblasti, jež by byly navzájem propojené. Na těchto snímcích je patrná porezita, kterou vzorek vykazoval. Lom měl štěpný charakter. Mikrotvrdost lamelární směsi na okraji vzorku byla 1168 HV0,01, uprostřed vzorku 546 HV0,01.



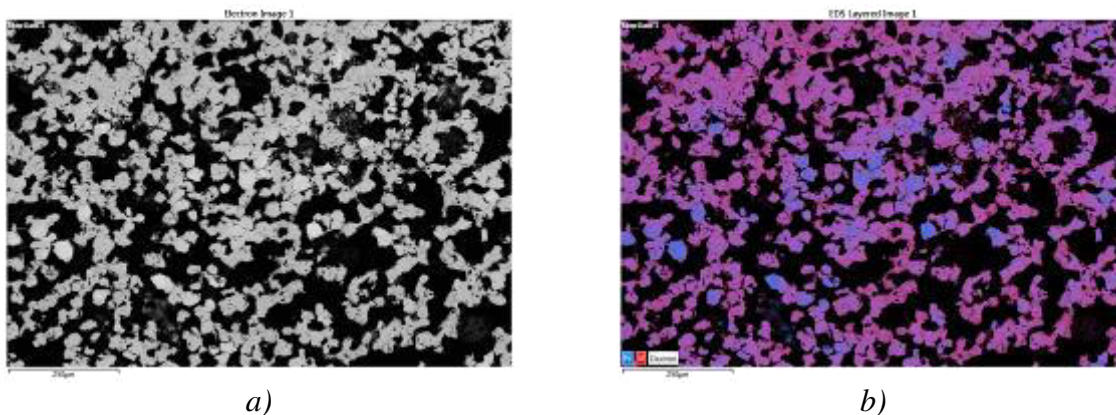
Obr. 121: Snímky mikrostruktury, SM: a) 200×, b) 500× a c) 1000×



Obr. 122: Snímky mikrostruktury, REM: a) 500 \times , b) 1000 \times a c) 1000 \times



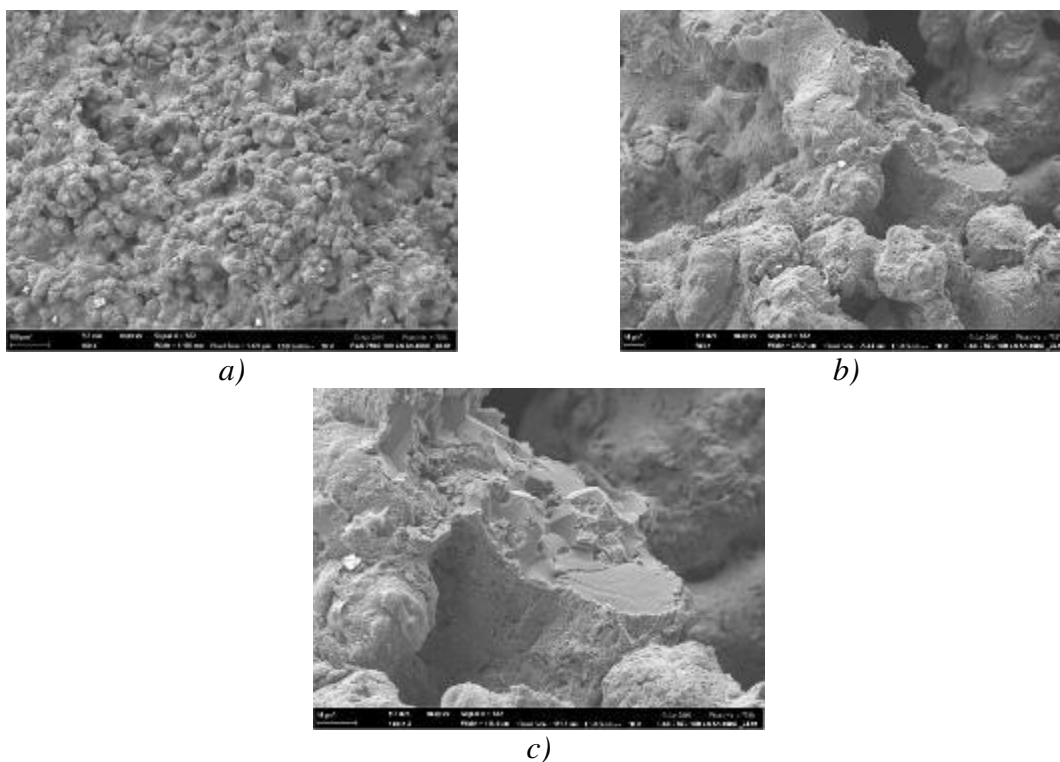
Obr. 123: Lineární analýza chemického složení: a) zobrazení analyzovaného místa, b) výsledný graf



Obr. 124: EDS mapping: a) zobrazení analyzované plochy, b) výsledek analýzy: Fe – modrá barva, Al – červená barva

Tab. 13: Přehled prvků a jejich množství z provedené plošné analýzy

FeAl I kombinace žhání, ochlazení do kapalného dusíku	
Prvek	At. %
Fe	51,3
Al	48,7



Obr. 125: Snímky lomové plochy, REM: a) 100×, b) 500× a c) 1000×

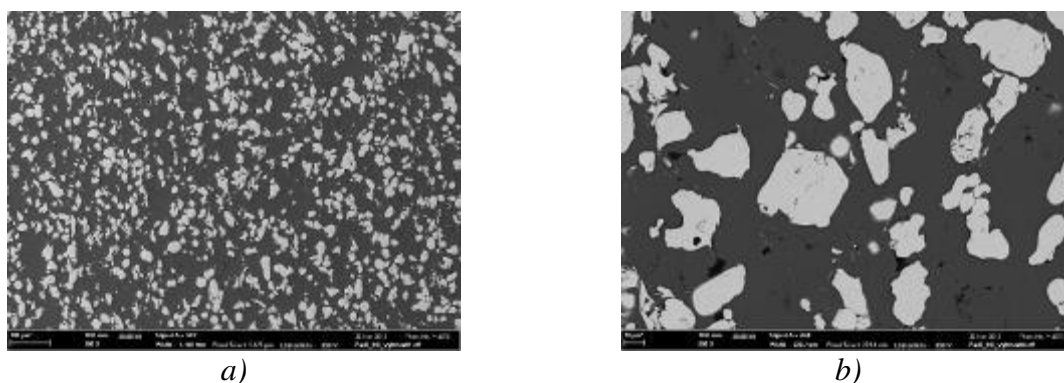
4.10 FeAl II

4.10.1 Vzorek tepelně nezpracovaný

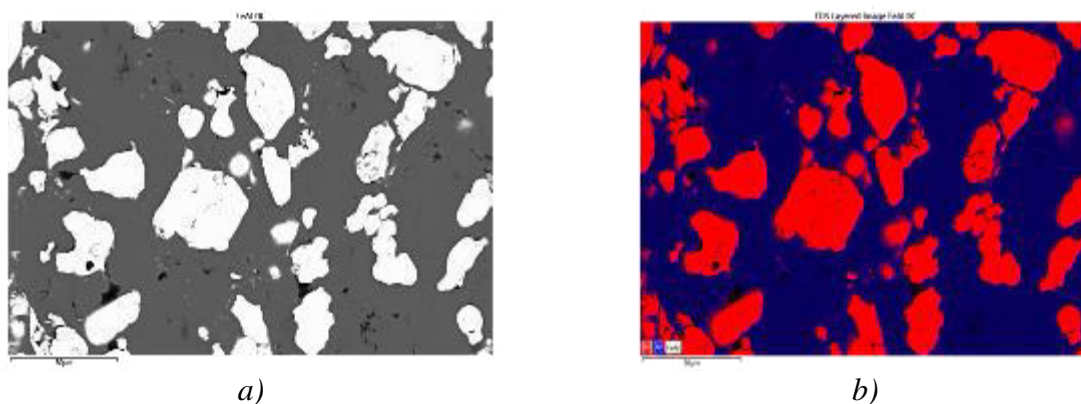
Mikrostruktura tepelně nezpracovaného vzorku obsahovala železné a hliníkové částice, viz *obr. 126*. Hliníkové částice v podstatě vytváří matici tohoto nástřiku. Na snímcích jsou zachyceny tmavší barvou. Z těchto snímků si lze povšimnout velké plastické deformace, které tyto částice dosáhly. Částice železa jsou na snímcích světlejší a vykazují menší plastickou deformaci oproti hliníkovým částicím. Porezita tohoto vzorku dosahuje malých hodnot. Póry jsou většinou malé a mimo jiné se v některých případech vyskytují i uprostřed železných částic. Největší množství porů bylo v oblasti substrátu.

Z provedené plošné analýzy vyplynulo, že je nástřík tvořen z 80 at.% Al a z 20 at.% Fe (viz *tab. 14*). Výsledek této analýzy je na *obr. 127*, červené částice patří železným částicím a hliníkové částice jsou zbarveny modrou barvou. Směs železného a hliníkového prášku ale byla původně smíchána v poměru Fe:Al 60:40 at.%, což souvisí se špatně zvolenými depozičními parametry. Tento nástřík na rozhraní nástřík–substrát nevykazoval dobrou přilnavost. Velmi snadno došlo k jeho oddělení od substrátu.

Snímky lomových ploch jsou zdokumentovány na *obr. 128*. Vzorek se porušoval v místech hliníkových částic tvárným lomem. U železných částic docházelo k dekohezi. Hliníkové částice dosahovaly hodnot mikrotvrdosti okolo 56 HV_{0,01} a železné částice přibližně 596 HV_{0,01}.



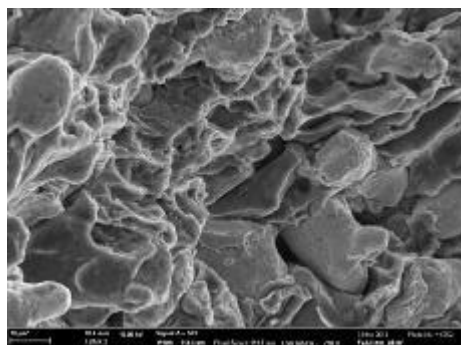
Obr. 126: Snímky nástřiku FeAl II, REM: a) 100×, b) 500×



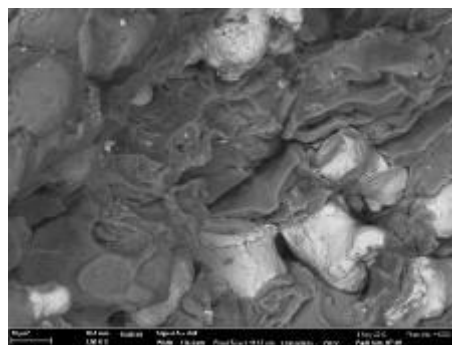
Obr. 127: EDS mapping: a) zobrazení analyzované plochy, b) výsledek analýzy:
Fe – červená barva, Al – modrá barva

Tab. 14: Přehled prvků a jejich množství z provedené plošné analýzy

FeAl II 0 °C	
Prvek	At. %
Fe	20,0
Al	80,0



a)



b)

Obr. 128: Snímky dokumentující lomovou plochu nástřiku FeAl II, REM: a) i b) 100x

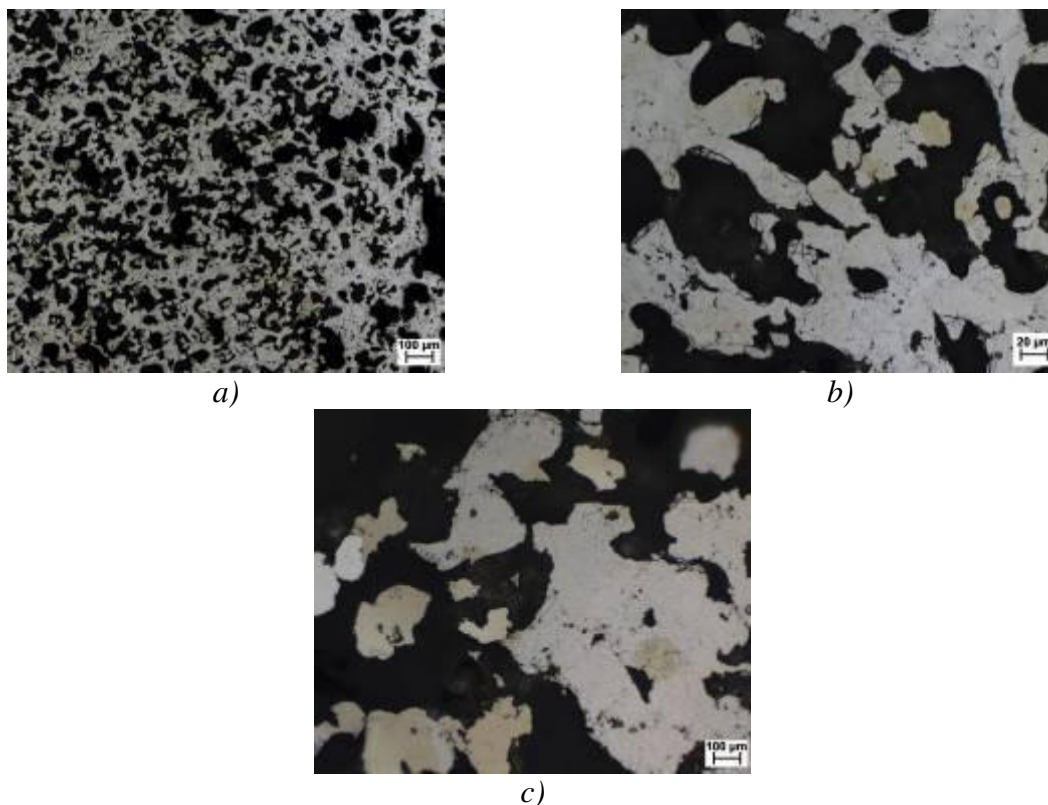
4.10.2 FeAl II žíhané na teplotě 750 °C (10 hod.)

Vzorek vystavený delší výdrž na nejvyšší použité teplotě v této experimentální práci se zvětšil, aniž by došlo k výrazné změně jeho tvaru. Struktura nástřiku měla velkou poréznost, ale v porovnání s novým nástřikem podrobeným stejným podmínkám, je struktura mnohem více propojená. Uprostřed vzorku je více oblastí propojených. Masivnější část nástřiku se nachází na okrajích vzorku. Mikrostruktura je stále tvořena z nerozpuštěných zbytků železných částic, z tuhých roztoků, z lamelární směsi a také z fází vyloučených v podobě síťoví, viz *obr. 129* a *obr. 130*. Tato fáze vyloučená v podobě síťoví nebyla v žádném jiném vzorku vyloučena v takovém obrovském množství, v jakém se to stalo zde. Mikrostruktura vzorku je tvořena převážně tuhými roztoky, přičemž tuhých roztoků bohatých na železo je mnohem méně než tuhých roztoků bohatých na hliník. Lamelární směs se v mikrostruktuře tohoto vzorku vyloučila v malém množství. Je jemná a dosahuje malých mezilamelárních vzdáleností. V oblastech, v nichž se vyskytovaly tuhé roztoky bohatší na železo, byly pozorovatelné jehlicovité útvary. Tyto útvary dle výsledků z analýz jsou pravděpodobně Al_2O_3 .

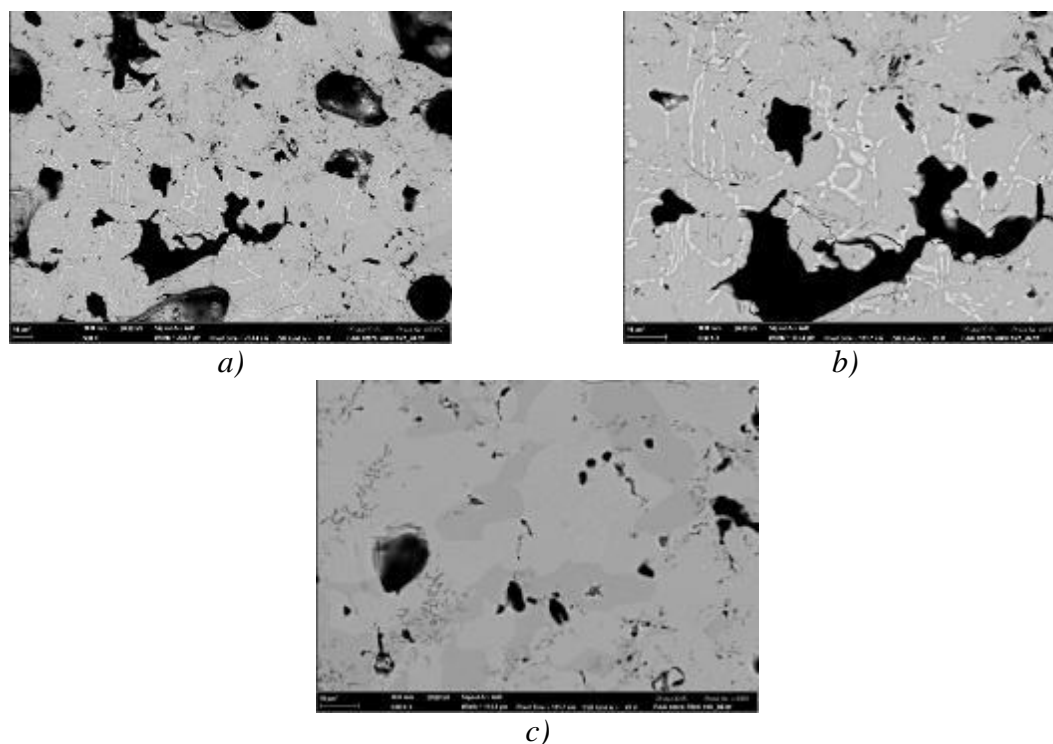
Provedená lineární analýza (*obr. 131*) vycházela z lamelární směsi a zasahovala do oblasti tuhého roztoku. Lamelární směs byla vytvořena z 60 at.% Fe a ze 40 at.% Fe. Analyzovaný tuhý roztok měl složení hliníku a železa téměř 50:50 at.%. Tuhé roztoky byly tvořeny pravděpodobně fází FeAl, která má velké koncentrační rozmezí existence. Díky tomuto rozmezí dochází k tomu, že se ve vzorku vyskytují tuhé roztoky, které jsou pravděpodobně fází FeAl s různým množstvím železa. Podle plošné analýzy je vzorek vytvořený z 60,7 at.% Al a z 39,3 at.% Fe (*tab. 15*). Na *obr. 132* je uveden výsledek z plošné analýzy. Čisté železo mělo na výsledku plošné analýzy přiřazenou modrou barvu a hliník červenou. Z výsledku je patrné, že desetihodinová výdrž byla dostatečná pro difúzi. Mikrostruktura je zabarvena do fialova, což značí vzniklé intermetalické fáze. Tyto fáze jsou dle barev (spíše červenější) bohaté na hliník. Na dalším *obr. 133* je dána další provedená plošná analýza, která se týká detailu mikrostruktury. Detail mikrostruktury je tvořen lamelární

směsí a tuhým roztokem bohatším na železo. Dle výsledků bodových a plošných analýz je vzorek vytvořen z fází FeAl a FeAl₂.

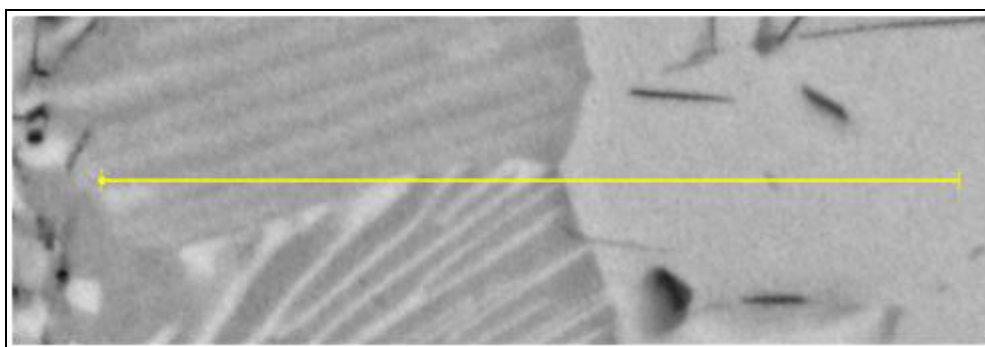
Vzorek byl porušen štěpným lomem (viz *obr. 134*). Na *obr. 134 c*) jsou navíc také pozorovatelné štěpné fazety. Z lomových ploch je patrná porezita, již vzorek dosahoval. Mikrotvrdość FeAl byla okolo 1026 HV0,01.



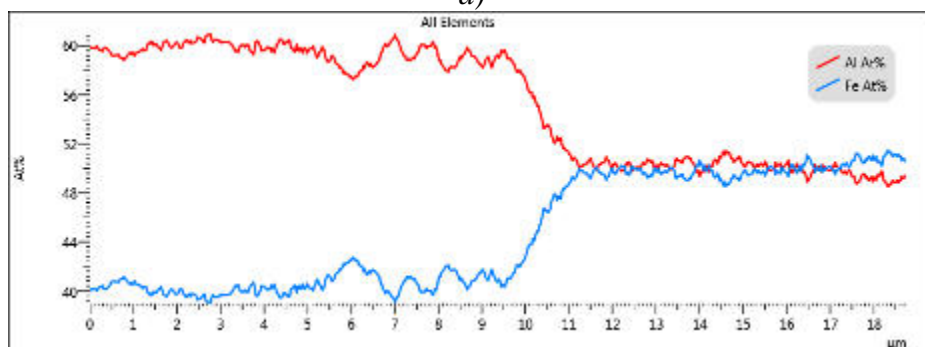
Obr. 129: Snímky mikrostruktury, SM: a) 100×, b) 500× a c) 1000×



Obr. 130: Snímky mikrostruktury, REM: a) 500 \times , b) + c) 1000 \times

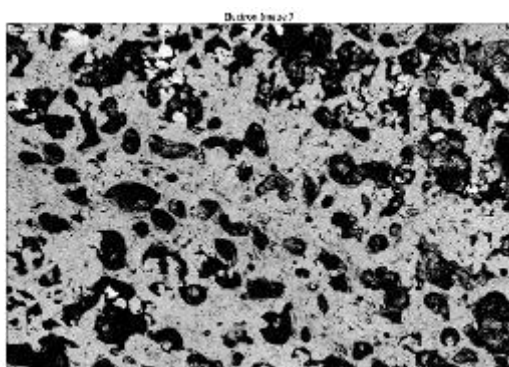


a)

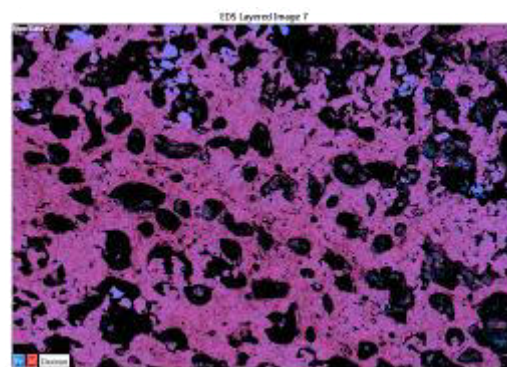


b)

Obr. 131: Lineární analýza chemického složení: a) zobrazení analyzovaného místa, b) výsledný graf

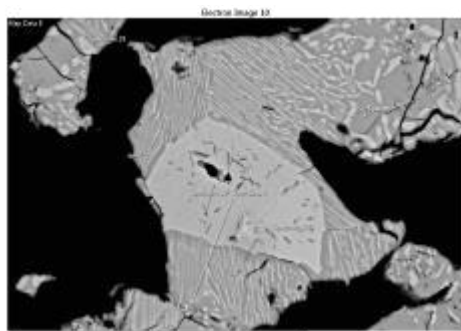


a)

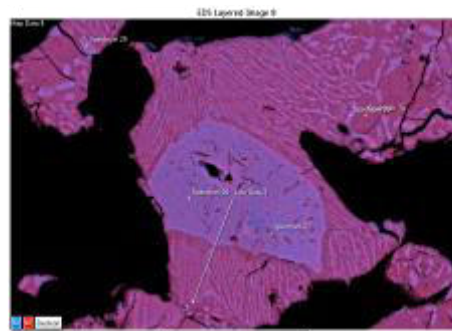


b)

Obr. 132: EDS mapping: a) zobrazení analyzované plochy, b) výsledek analýzy: Fe – modrá barva, Al – červená barva



a)



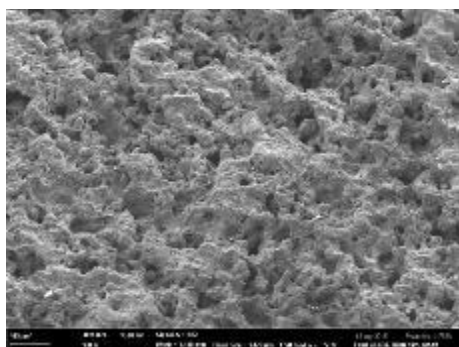
b)

Obr. 133: EDS mapping detailu mikrostruktury: a) zobrazení analyzovaného detailu, b)

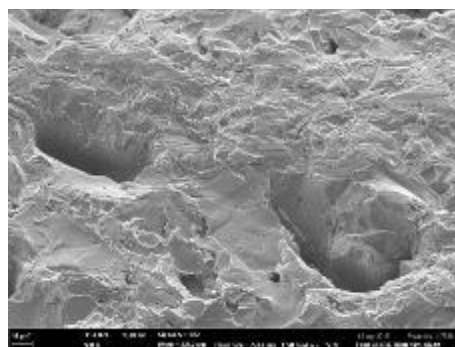
výsledek analýzy: Fe – modrá barva, Al – červená barva

Tab. 15: Přehled prvků a jejich množství z provedené plošné analýzy

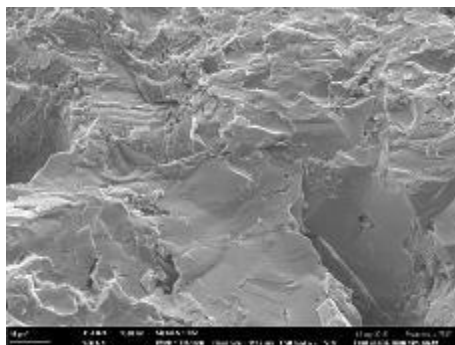
FeAl II 750 °C (10 hod.)	
Prvek	At. %
Fe	39,3
Al	60,7



a)



b)



c)

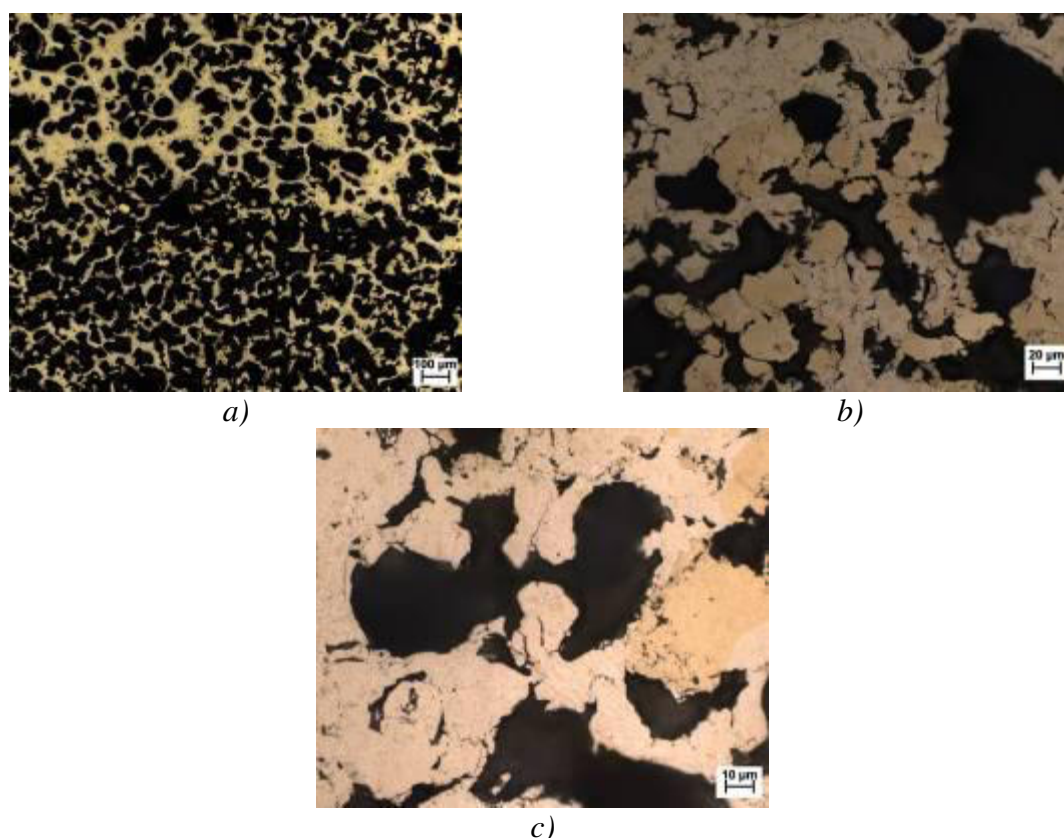
Obr. 134: Snímky lomové plochy, REM: a) 100×, b) 500× a c) 1000×

4.10.3 FeAl II žíhané na teplotě 750 °C (10 hod.), ochlazen do kapalného dusíku

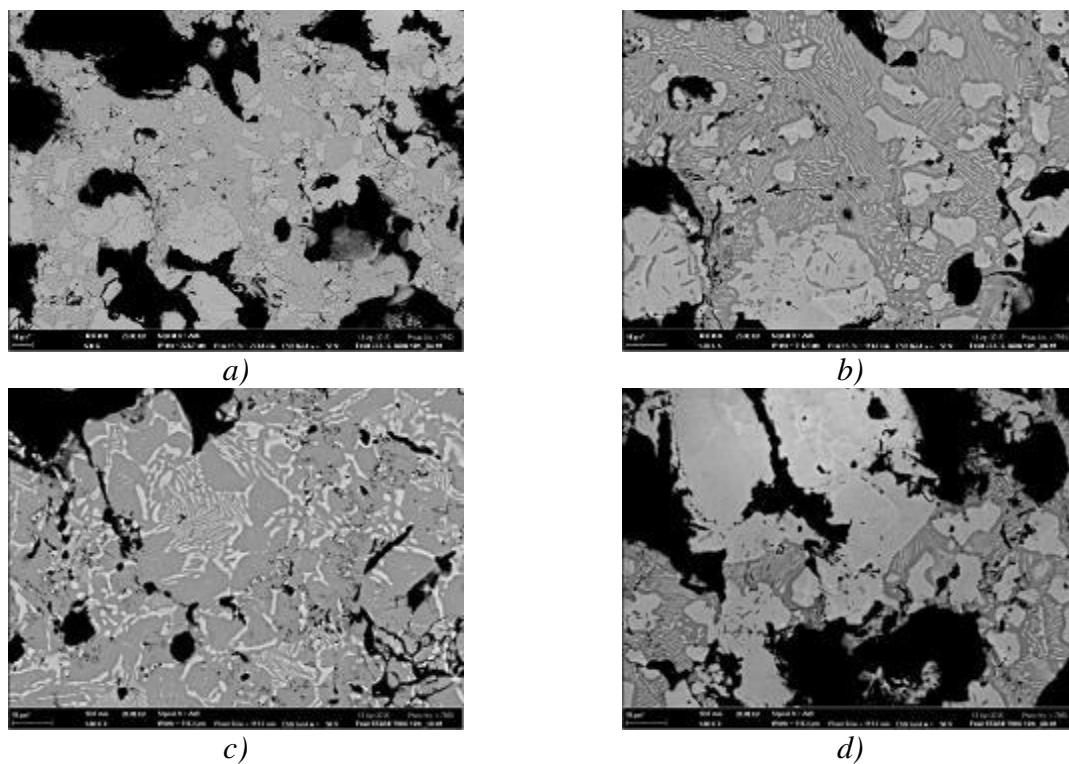
U vzorku ochlazeného do kapalného dusíku je značný rozdíl ve výskytu porezity oproti předchozímu vzorku, který byl pomalu dochlazen v peci. Ve struktuře jsou zachyceny rozměrově velké póry a tenké propojené oblasti. Po okrajích vzorku se nacházely masivnější oblasti, uprostřed vzorku naopak velmi malé a tenké. Mikrostruktura je v tomto případě tvořena tuhými roztoky, lamelární směsí a fází vyloučenou v podobě síťoví, viz *obr. 135* a *obr. 136*. Mikrostruktury těchto dvou vzorků se liší. V tomto vzorku se po jeho celé ploše hlavně vyskytuje velmi jemná lamelární směs a v menší míře fáze vyloučené v podobě síťoví. Mezi lamelární směsí jsou vyloučeny malé oblasti tuhých roztoků bohatých na železo. Tuhé roztoky bohaté na železo jsou přitom ve struktuře většinou zastoupeny v rozměrově malých oblastech. Struktura je mnohem více heterogenní než u pomalu ochlazeného vzorku, což bylo způsobeno velmi rychlým ochlazením, čímž došlo k značnému omezení difúze. V mikrostruktuře vzorku se nacházely navíc jehlicovité útvary. Tyto jehlicovité útvary vznikly hlavně v tuhých roztocích bohatých na železo. Dle analýz se pravděpodobně jedná o fázi Al_2O_3 .

Lineární analýza procházela lamelární směsí a tuhými roztoky. Lamelární směs měla přibližně složení o 60 at.% Al a o 40 at.% Al. Za touto lamelární směsí začíná přibývat množství železa. Nachází se zde oblast prvního tuhého roztoku, který je tvořen 48 at.% Al a 52 at.% Fe. Poté dochází k obohacování tuhého roztoku železem a chemické složení dosahuje hodnoty až 70 at.% Fe. Za tímto místem dochází k prudšímu nárůstu v obsahu železa až na hodnotu okolo 80 at.% Fe. Zde existuje druhý tuhý roztok, jenž je složen přibližně 80 at.% Fe a 20 at.% Al. Tato provedená analýza je spolu s výsledky na *obr. 137*, kde je zachycena oblast, přes kterou byla provedena. Plošná analýza vybrané oblasti obsahovala 59,4 at.% Al a 40,6 at.% Fe (viz *obr. 138* a *tab. 16*). Opět byla pro železo přiřazena modrá barva a pro hliník červená. Z výsledku analýzy vyplývá, že téměř celá struktura je tvořena kromě zbytků železných částic pouze intermetalickými fázemi těchto dvou prvků. Dokazuje to fialová barva na výsledném obrázku plošné analýzy. Části mikrostruktury obsahující více železa jsou na tomto snímku často odděleny od oblastí, v nichž převládají fáze bohaté na hliník. Plošná analýza detailu mikrostruktury je na *obr. 139*, kde je zachycená lamelární struktura a část zbylé železné částice. Podle provedených analýz je vzorek složen pravděpodobně z fází FeAl a FeAl₂.

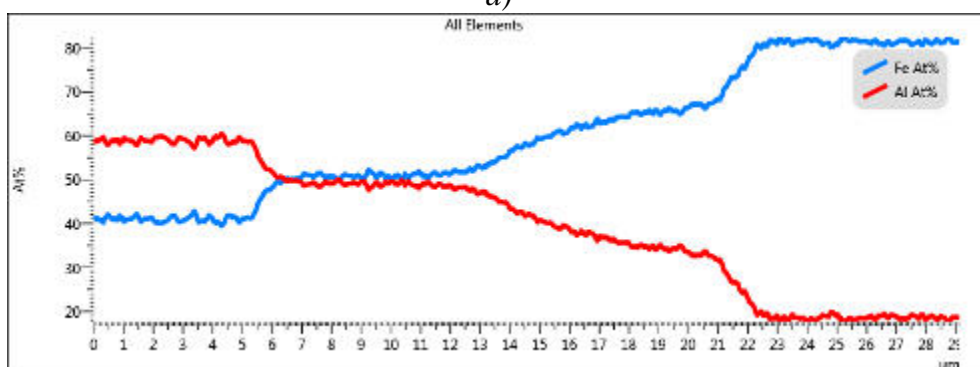
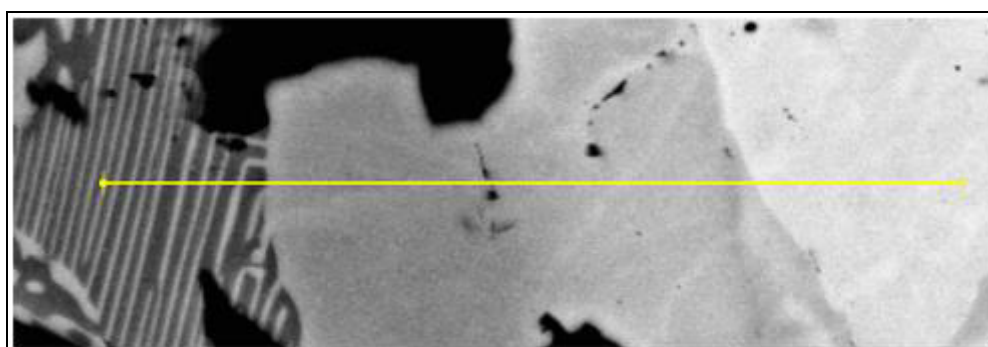
Snímky lomové plochy jsou na *obr. 140*. Struktura žíhaného vzorku je ve většině míst propojená a porušovala se štěpným lomem. Detail lomu je možné vidět na *obr. 140 b*). Z těchto snímků je patrná i velká porezita samotného nástřiku. Vzhledem k jemně vzniklé mikrostruktuře byla změřena pouze hodnota mikrotvrdosti matrice, která činila okolo 1032 HV0,025.



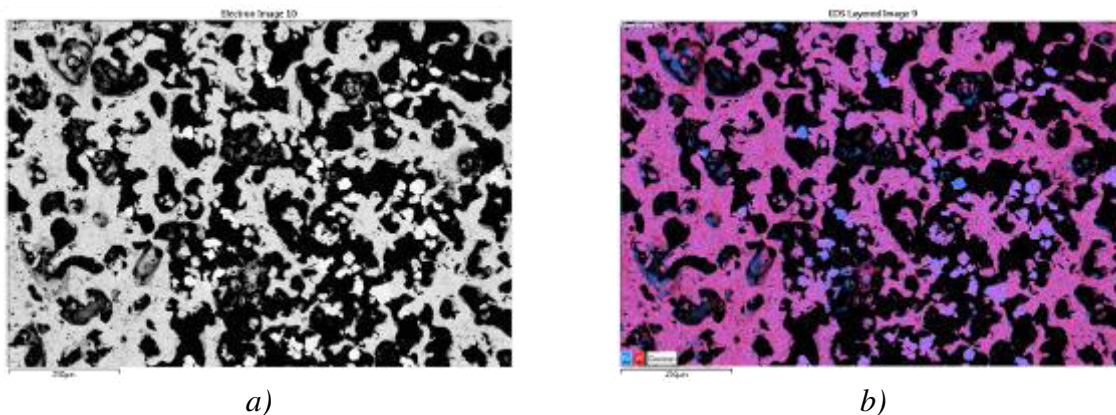
Obr. 135: Snímky mikrostruktury vzorku, SM: a) 100×, b) 500× a c) 1000×



Obr. 136: Snímky mikrostruktury, REM: a) 500×, b), c) a d) 1000×



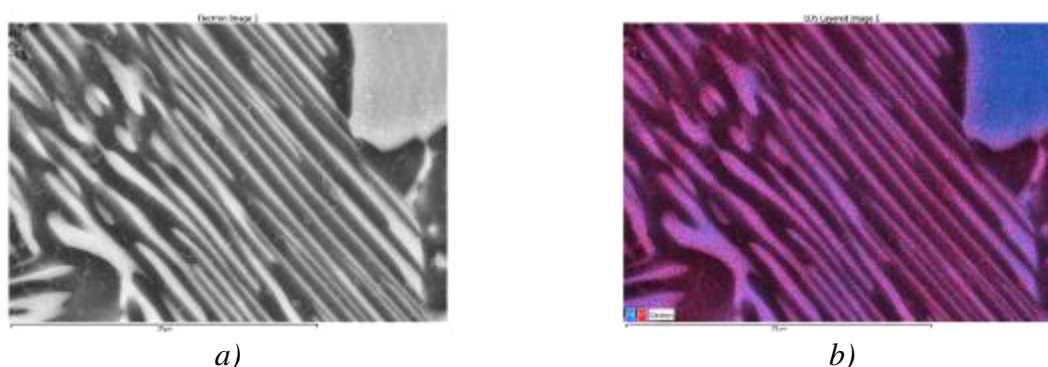
Obr. 137: Lineární analýza chemického složení: a) zobrazení analyzovaného místa, b) výsledný graf



a)

b)

Obr. 138: EDS mapping: a) zobrazení analyzované plochy, b) výsledek analýzy: Fe – modrá barva, Al – červená barva



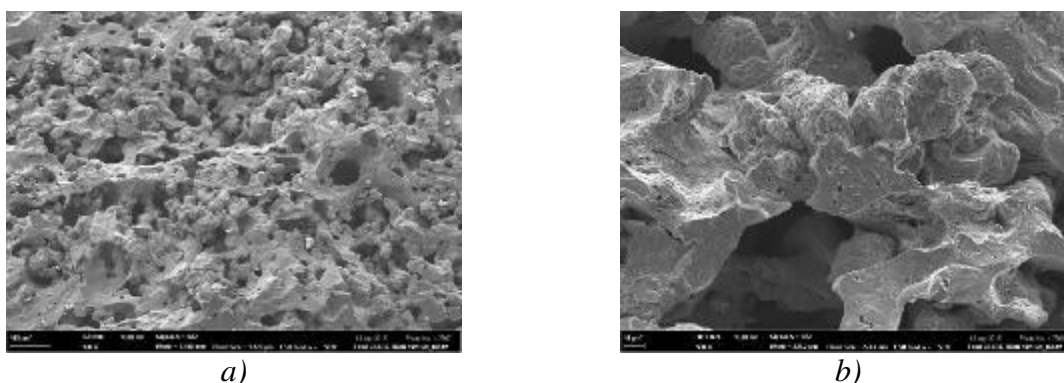
a)

b)

Obr. 139: EDS mapping detailu mikrostruktury: a) zobrazení analyzovaného detailu, b) výsledek analýzy: Fe – modrá barva, Al – červená barva

Tab. 16: Přehled prvků a jejich množství z provedené plošné analýzy

FeAl II 750°C (10 hod.), ochlazen do kapalného dusíku	
Prvek	At. %
Fe	40,6
Al	59,4



a)

b)

Obr. 140: Snímky lomové plochy, REM: a) 100×, b) 500×

4.10.4 Shrnutí experimentů na vzorcích FeAl I a FeAl II

Tepelně nezpracovaný nástřik FeAl I byl tvořen z 81,6 at.% Al a z 18,4 at.% Al. Nástřik vykazoval dobrou přilnavost k substrátu a vše nasvědčuje tomu, že byly použity správné parametry během nanášení z hlediska struktury. Nicméně jediný problém tohoto nástřiku byl ten, že měl být původně nástřikán v poměru prášků Fe:Al 60:40 at.%. Zde by mělo být v budoucnu pro další případné nanášení doladěny parametry či zvoleno jiné zařízení pro přivádění prášků.

U nástřiků FeAl I tepelně zpracovaných se postupně s narůstající teplotou tvořilo větší množství pórů. První velký nárůst porezity byl dosažen na teplotě 550 °C, přičemž zde došlo ke vzniku prvních intermetalických fází. S dalším nárůstem žíhacích teplot vznikaly další intermetalické fáze v podobě lamelární směsi, tuhého intermetalického roztoku. Intermetalika na teplotě 550 °C byla pravděpodobně Fe₂Al₅. Na vyšších teplotách byla lamelární směs pravděpodobně tvořena směsí fází FeAl + FeAl₂ a tuhé roztoky pravděpodobně fází FeAl. Porezita ve vzorku dosáhla svého vrcholu při teplotě 600 °C. Na vyšších teplotách je porezita také enormní, ale již není v takovém množství jako v případě vzorku žíhaného na 600 °C.

Vzorkům FeAl I žíhaným na teplotách 600 °C, 700 °C a 750 °C byly na snímcích změřeny mezilamelární vzdálenosti u hrubé a jemné lamelární směsi. Tyto vzdálenosti byly mezi sebou navzájem porovnány a vyhodnoceny. Výsledek je takový, že se zvyšující se teplotou, narůstají hodnoty mezilamelárních vzdáleností jak pro hrubší, tak i jemnější lamelární směsi.

Mikrotvrdomost částic železa u tepelně nezpracovaného vzorku FeAl I byla okolo 702,9 HV0,01, pro hliník dosahovala mikrotvrdomost hodnot přibližně 62,7 HV0,01. Se zvyšující teplotou částice hliníku i železa vykazovaly nižší hodnoty mikrotvrdomosti. Jakmile ale vznikly intermetalické fáze, hodnoty mikrotvrdomosti těchto fází dosahovaly hodnot okolo 1057 HV0,01.

Tepelně nezpracovaný vzorek FeAl I se porušoval oddělováním hliníkových částic mezi splaty a oddělováním železných částic od hliníkových. Se zvyšující se teplotou se objevovaly na lomových plochách štěpné fazetky a úplně vymizela dekoheze železných částic od hliníkových ($T > 550$ °C). Na těchto vysokých teplotách byly již většinou alespoň železné částice trochu zreagovány s hliníkovými částicemi.

Nejzajímavější teplotou je pravděpodobně teplota 650 °C, neboť na této teplotě dosahuje mikrotvrdomost nejvyšších hodnot a mezilamelární vzdálenost naopak nejnižších.

U vzorků podrobených dlouhodobé výdrži probíhala difúze ve větší míře. Při tomto způsobu zpracování vzorků již nebyly patrné větší rozdíly mezi jemnější a hrubější lamelární směsí. V těchto vzorcích se vyskytovaly tuhé roztoky, lamelární směsi, fáze vyloučené v podobě sít'oví a došlo k dalšímu nárůstu porezity.

Vzorky, které byly ochlazeny do kapalného dusíku, vykazovaly odlišnou strukturu než vzorky pomalu dochlazené v peci. Jejich mikrostruktura byla velmi jemná a heterogenní. Po celé ploše výbrusu byly patrné malé oblasti tuhých roztoků a lamelárních směsí, jež byly různě rozmístěné v sobě navzájem.

Během nízkoteplotního žíhání došlo k poklesu mikrotvrdomosti. Struktura nástřiku se víceméně propojila. Tato struktura měla rovnoměrněji rozmístěné póry. Oblasti jednotlivých fází se zvětšily a vzorek byl pravděpodobně tvořen fázemi FeAl + FeAl₂.

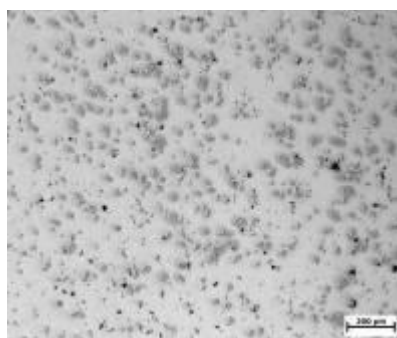
Nástřik FeAl II byl vyroben s rozdílnými parametry nanášení. Jeho složení bylo přibližně stejné jako složení nástřiku FeAl I. Tepelně zpracované vzorky nástřiku FeAl II s deseti hodinovou výdrží měly nejvíce ve struktuře vyloučenou fázi v podobě sít'oví. Vzorek byl pravděpodobně tvořen fázemi FeAl + FeAl₂.

4.11 Nástřik FeCu

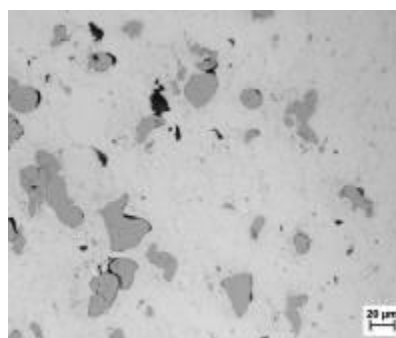
4.11.1 Vzorek tepelně nezpracovaný

Zhotovený nástřik dosahoval tloušťky 9 mm. Mikrostruktura tohoto vzorku je zachycena na *obr. 141* a *obr. 142*. Tmavší částice jsou částice železa a světlé částice jsou měděné částice. Na snímku *obr. 141* je patrné, že částice mědi vytvářejí spojitou matici, která dosahuje malé porezity. Tyto póry mají spíše menší rozměry a jsou různě rozmístěny přes celou plochu nástřiku. Tvar pórů se spíše přibližuje ke sférickému tvaru. V závislosti na směru nanášení nástřiku jsou na *obr. 141 b)* a *obr. 142 a)* patrné póry nacházející se mezi železnými a měděnými částicemi. V nástřiku nebyly pozorovány trhlinky a na rozhraní nástřiku a substrátu jsou pozorovatelné dobře „zpracované“ částice kovového prášku do substrátu. Na snímcích z rastrovacího elektronového mikroskopu je zachycena rozsáhlá deformace měděných částic. Nástřik vykazoval velmi dobrou přilnavost k substrátu. Z výše uvedeného vyplývá, že nástřik byl vyroben s vhodně zvolenými parametry pro nanášení. Tento nástřik byl spolu se substrátem po nastříkání deformován ve směru příčném i podélném. Samotné zpracování tohoto nástřiku (obzvláště řezání) bylo obtížné.

Struktura vzorku je složena z 90,3 at.% Cu a 9,7 at.% Fe dle plošné analýzy, viz *obr. 143* a *tab. 17*. Toto zjištění je v rozporu s poměrem, v jakém byl tento vzorek nastříkán. Měď se železem byla tehdy smíchána v poměru Cu:Fe 50:50 at.%. Je tedy potřeba vhodně navolit další parametry nanášení, aby k těmto rozdílům dále nedocházelo. Lomová plocha vykazovala během porušení dekohezi železných částic od měděných. Měděné částice se oddělovaly od sebe navzájem v místech mezi splaty. Na lomu (*obr. 144*) jsou patrné stopy, které pravděpodobně vznikly po dekohezi železných částic od měděných. Mikrotvrdost u tohoto vzorku dosahovala hodnot pro měděné částice okolo 276 HV0,01 a pro železné částice přibližně 837 HV0,01.

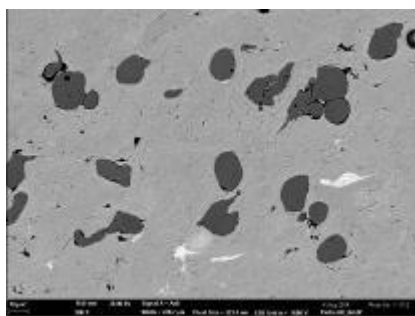


a)

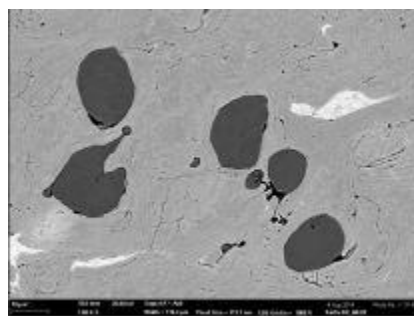


b)

Obr. 141: Snímky mikrostruktury nástřiku FeCu, SM: a) 100×, b) 500×

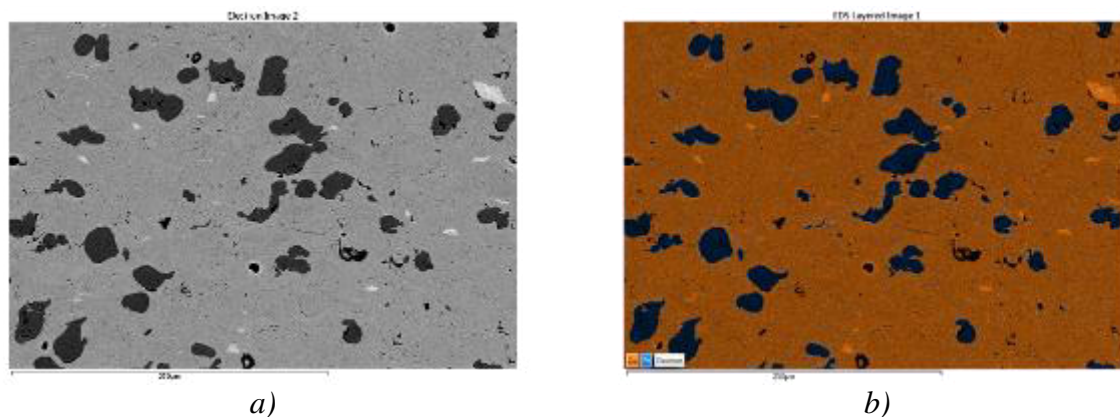


a)



b)

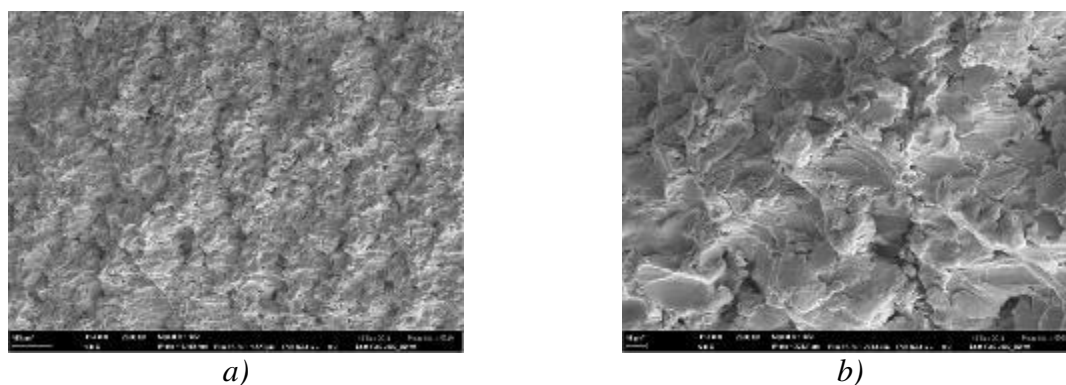
Obr. 142: Snímky mikrostruktury nezpracovaného nástřiku FeCu, REM: a) 500×, b) 1000×



Obr. 143: EDS mapping: a) zobrazení analyzované plochy, b) výsledek analýzy: Fe – modrá barva, Cu – oranžová barva

Tab. 17: Přehled prvků a jejich množství z provedené plošné analýzy

FeCu 0°C	
Prvek	At. %
Cu	90,3
Fe	9,7



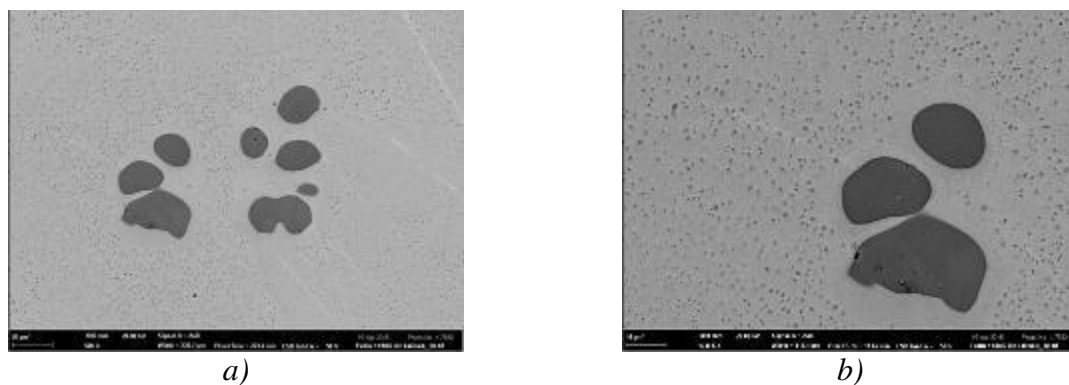
Obr. 144: Snímky lomové plochy tepelně nezpracovaného nástřiku, REM: a) 100×, b) 500×

4.11.2 DSC vzorek – teplota 1150 °C, 2 přechody

U tohoto vzorku se stala zajímavá věc. Ačkoliv byl zcela roztaven, nestalo se, že by stekl na dno keramického kelímku. Roztavený kus nástřiku vytvořil zakulacený povrch a ulpěl na stěnách kelímku. A to tak, že mezi tímto zakulaceným povrchem a dnem kelímku byla zachována větší mezera. Výbrus tohoto vzorku měl uprostřed velkou díru (200 μm). Mezi jednotlivými zrny byly vytvořené větší póry. Menší póry se nacházely na rozhraní železa a mědi. Mikrostruktura byla tvořena z železných částic, jež byly různě rozmístěné a shluklé v měděných zrnech, viz *obr. 145*. Tyto železné částice dosahovaly rozměrů okolo 20 μm . V těchto železných zrnech byly dále vyloučeny měděné precipitáty, které měly tendenci se shlukovat. Měděná zrna obsahovala velmi jemné precipitáty železa (< 1 μm). Mezi železnými částicemi a měděnými precipitáty se nachází oblast, ve které se železné precipitáty v měděných částicích nevyskytují.

Přes rozhraní částic mědi a železa byla provedena lineární analýza, která je na *obr. 146*. Tato analýza začíná v tuhém roztoku mědi. Tuhý roztok má složení 96 at.% Cu a 4 at.% Fe. V místech, v nichž došlo k analyzování železných precipitátů, jsou na výsledku lineární analýzy vidět ostré peaky. Mezi železem a měděnými částicemi je interakční rozhraní o velikosti zhruba 7 μm . Železná částice obsahuje přibližně 10 at.% Cu. Z plošné analýzy vyplynulo, že je tento vzorek tvořen z 95,1 at.% Cu a z 4,9 at.% Fe (*tab. 18*). Snímky plošné analýzy jsou na *obr. 147*. Na výsledku plošné analýzy je patrné, že je železo rozmístěno v měděných částicích rovnoměrně. Z těchto snímků je také patrné, že difúze proběhla v celém objemu vzorku. DSC křivka ohřevu a ochlazení je pro první přeběh na 1150 °C dána na *obr. 148*. Její průběh ukazuje děje, které ve vzorku během ohřívání nastaly. Počáteční rozkmit křivky je zapříčiněn zřejmě tím, že vzorek a přístroj na začátku měření nebyly dostatečně ustálené. Výrazný peak na DSC křivce odpovídá výrazné endotermní reakci, která je pravděpodobně složená z ještě menších endotermních reakcí. Tato endotermní reakce začala na $T = 1084\text{ °C}$ a skončila na $T = 1095\text{ °C}$. Teplota 1084 °C odpovídá teplotě tavení čisté mědi. Teplota 1095 °C odpovídá teplotě peritektické reakce v systému Fe–Cu. Na křivce je ale před touto výraznou endotermní reakcí patrný menší endotermní peak odpovídající reakci, jež proběhla na $T = 714\text{ °C}$ a skončila na $T = 745\text{ °C}$. Tento malý peak by mohl souviset s rekrystalizačními pochody, které nastaly ve struktuře. Jiné možné vysvětlení vzniku tohoto peaku je to, že železo z nástřiku dosáhlo Curieho teploty a prodělalo změnu magnetismu. Nicméně vzhledem k malému obsahu železa je otázkou, jestli se tato Curieho teplota projeví. Během ochlazování dochází k exotermní reakci (zelená barva). Tato exotermní reakce zřejmě souvisí s tvorbou precipitátů. Další snímek (viz *obr. 149*) je záznamem DSC křivek ohřátí, kdy byl stejný vzorek znovu podroben ohřátí na teplotu 1150 °C a ochlazení. Průběh DSC křivky ohřátí má hladší průběh. Znovu došlo k výrazné endotermní reakci. Začátek této reakce byl na $T = 1076\text{ °C}$ a konec na $T = 1094\text{ °C}$. Konečná teplota opět odpovídá peritektické reakci.

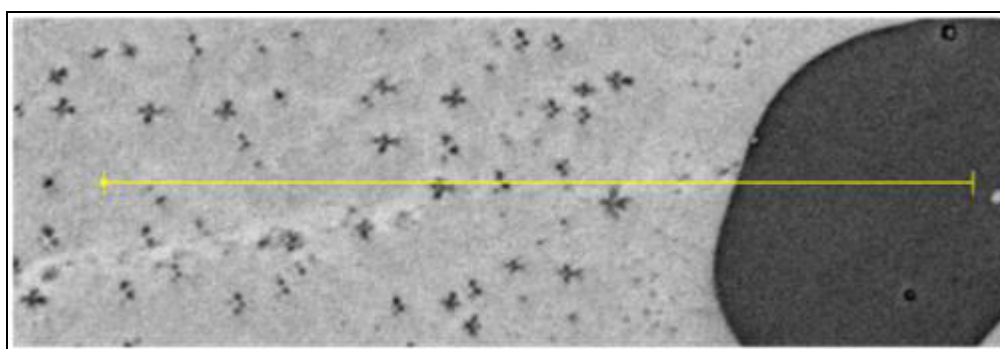
Podle výsledků rentgenové analýzy, je ve vzorku přítomné čisté železo a čistá měď. Toto železo má podle rentgenové analýzy mřížku FCC. Z tohoto vyplývá, že vzniklé precipitáty jsou koherentní s měděnými částicemi.



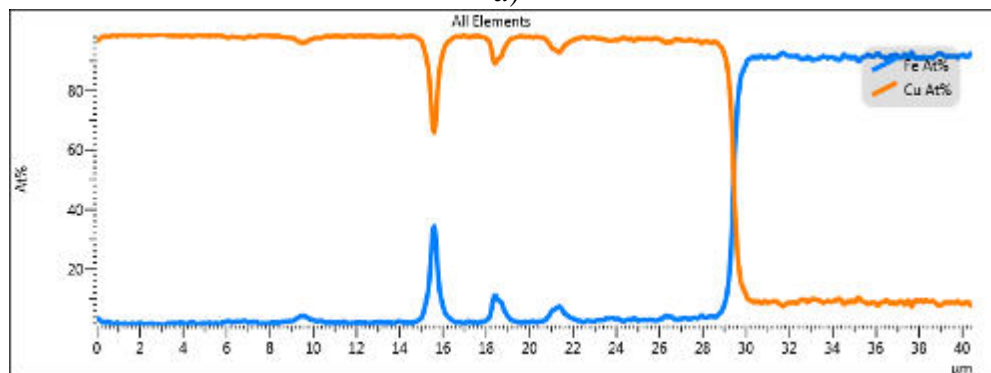
a)

b)

Obr. 145: Snímky mikrostruktury DSC vzorku FeCu ohřátého na 1150 °C, 2 přeběhy, REM:
a) 500× a b) 1000×

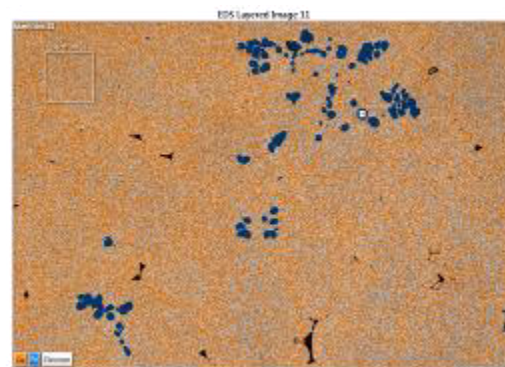
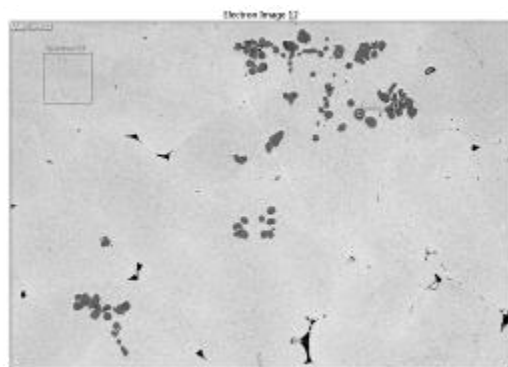


a)



b)

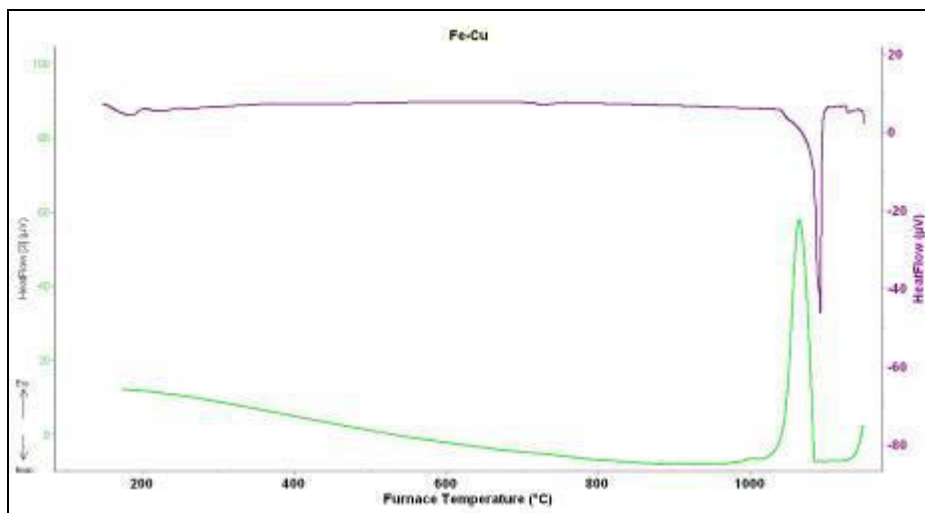
Obr. 146: Lineární analýza chemického složení: a) zobrazení analyzovaného místa,
b) výsledný graf



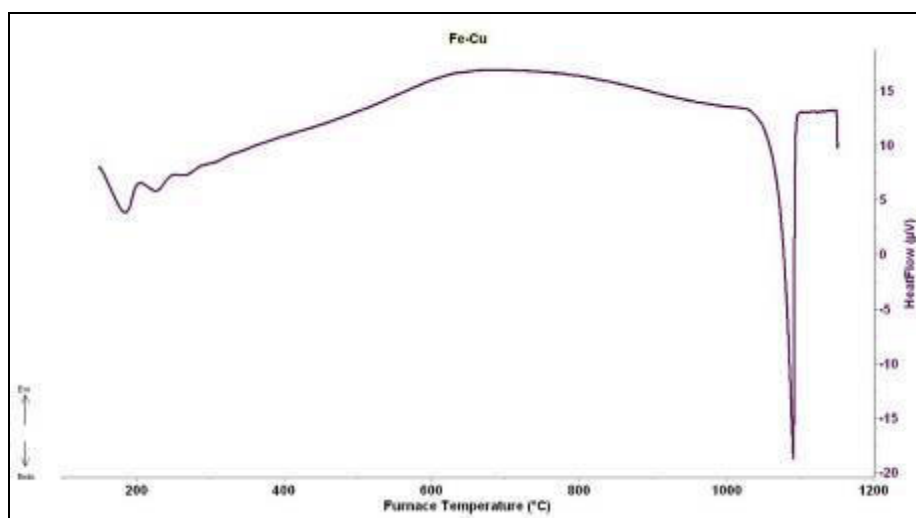
Obr. 147: EDS mapping: a) zobrazení analyzované plochy, b) výsledek analýzy: Fe – modrá barva, Cu – oranžová barva

Tab. 18: Přehled prvků a jejich množství z provedené plošné analýzy

FeCu 1150°C 2x	
Prvek	At. %
Cu	95,1
Fe	4,9



Obr. 148: DSC křivka ohřevu a ochlazení FeCu, 1. přeběh



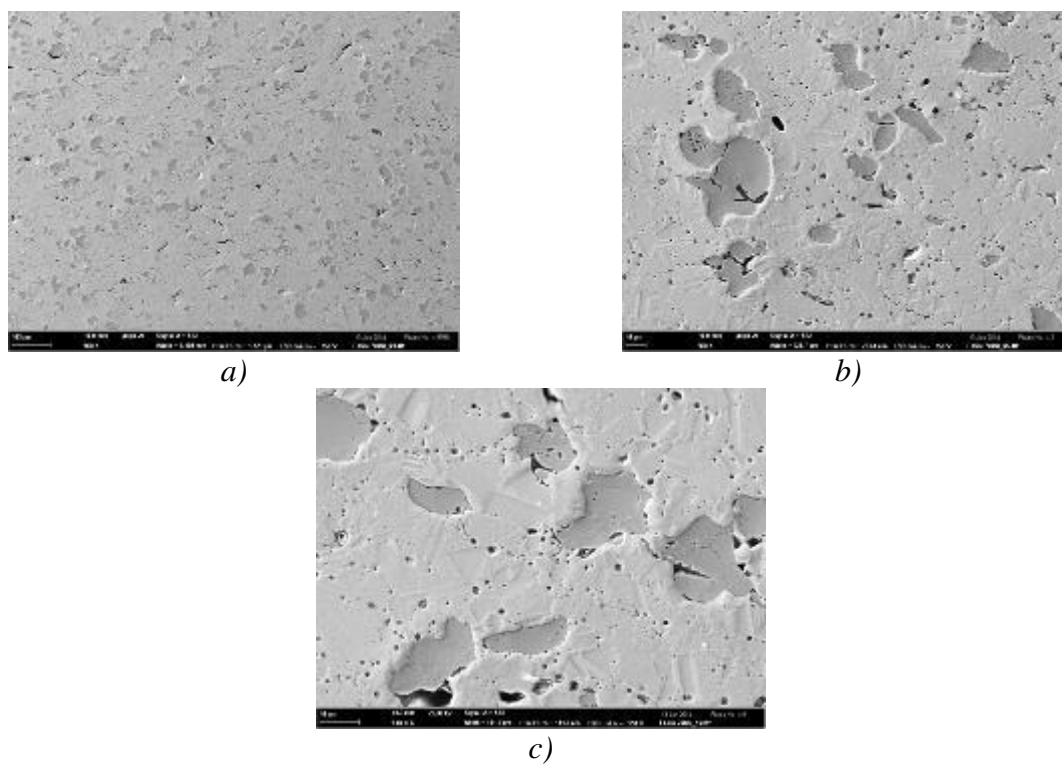
Obr. 149: DSC křivka ohřevu FeCu, 2. přeběh

4.11.3 Vzorek žíhaný na teplotě 700 °C (2 hod.)

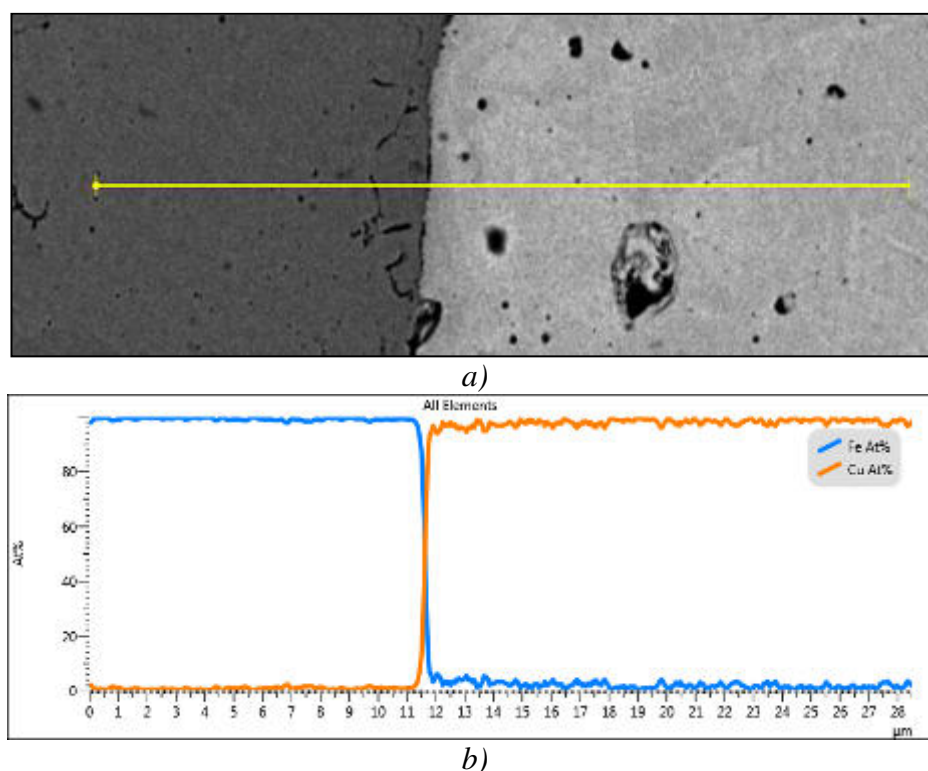
Struktura nástřiku je tvořena z železných částic a měděné matrice, viz *obr. 150*. V celém vzorku nedošlo k žádné výrazné změně, kromě mírného nárůstu porezity. Tato porezita se nacházela na rozhraní železných a měděných částic a také po hranicích splatů. V menší míře byla zaznamenána v železných částicích. Z *obr. 150 a)* je zřejmé, že se póry vyskytují na hranicích splatů, kde se póry nachází víceméně pravidelně v jednom směru (směr nanášení). Dále jsou na snímcích z elektronového mikroskopu zachycena dvojčata v měděné matrici. Jelikož měď má kubickou mřížku, jsou splněny podmínky pro tvorbu dvojčat prvního typu, ale také pro tvorbu složených dvojčat. Dvojčata v měděné matrici dosahují větších rozměrů (několik μm), z čehož lze usuzovat, že jsou růstová a že v měděné matrici docházelo k rekrytalizaci. Tento vzorek byl zahřát na teplotu 700 °C, na které již mohlo docházet k difúzi měděných atomů. Tato teplota je dostatečná pro rekrytalizaci měděných částic. Samotný nárůst porezity podporuje tvrzení, že došlo k prvnímu strádiu rekrytalizace – k zotavení struktury. Nejlépe pozorována dvojčata jsou na *obr. 150 c)*.

Na *obr. 151* je zachycena oblast, přes kterou byla provedena lineární analýza. Lineární analýza začala v železné částici a končila v měděné částici, čímž byla získána lineární analýza přes rozhraní těchto dvou částic. Průběh lineární analýzy ukazuje, že v oblasti železné částice složení zůstalo zachováno, tedy nedošlo k žádné výrazné interakci, a tato částice je tvořena v podstatě čistým železem. Přejít analýzy přes rozhraní železné a měděné částice nevykazuje výraznou změnu v chemickém složení. Podle bodových a plošných analýz jsou ve struktuře tepelně zpracovaného nástřiku železné částice a měděná matrice, jež obsahuje 1 at.% Fe. Plošná analýza ukazuje, že vzorek byl tvořen z 92,4 at.% Cu a ze 7,8 at.% Fe (viz *obr. 152, tab. 19*). Okolo železných částic jsou viditelné oblasti, ve kterých je na výsledku plošné analýzy vykresleno železo v měděné matrici, což souhlasí s velmi malým množstvím železa, které bylo naměřeno v měděné matrici. Detail mikrostruktury, na němž byla provedena plošná analýza, je na *obr. 153*.

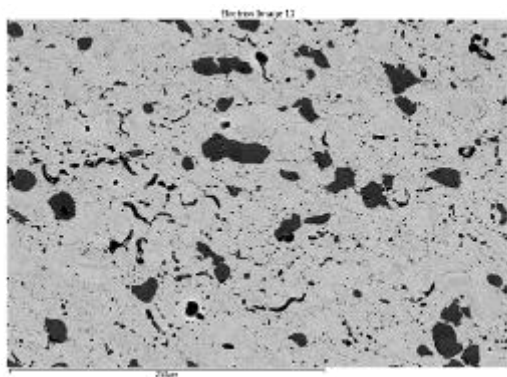
Charakter lomu byl oproti předešlému vzorku změněný a jeho morfologie je zachycena *obr. 154*. Tento lom byl tvárný. Na snímku lze pozorovat jamkovitou morfologii. Ve spodní části jamek jsou viditelné malé částičky, jež mohly pomoci k tvorbě lomu (tvorbou dutinky). Tyto částičky mají velikost okolo 1 μm a mají pravidelný tvar, který napovídá tomu, že tyto částice vznikly po hranicích částic. U železných částic dochází k částečnému oddělování od měděné matrice. Na lomové ploše jsou viditelná zrna mědi, která vznikla rekrytalizací na této teplotě. Mikrotvrdost železných částic byla 225 HV0,01 a pro měděné částice dosahovala hodnoty 88 HV0,01.



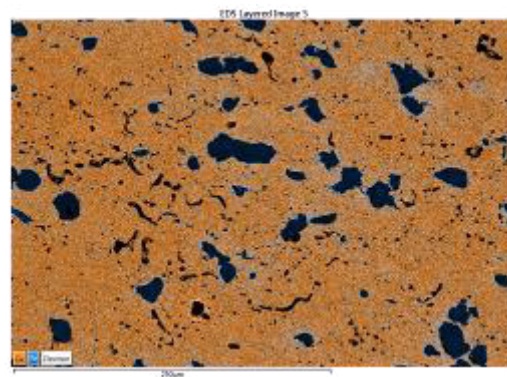
Obr. 150: Snímky žíhaného nástříku FeCu na 700 °C, REM: a) 100×, b) 500× a c) 1000×



Obr. 151: Lineární analýza chemického složení: a) zobrazení analyzovaného místa, b) výsledný graf

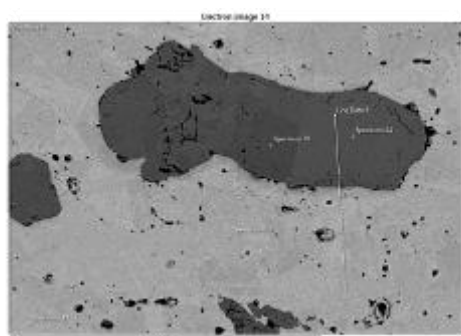


a)

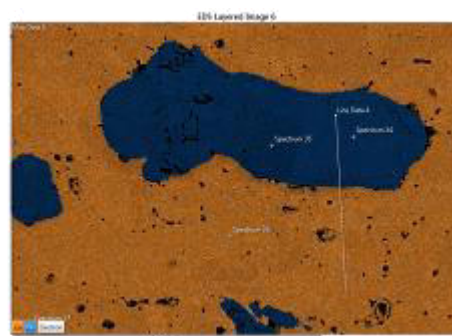


b)

Obr. 152: EDS mapping: a) zobrazení analyzované plochy, b) výsledek analýzy: Fe – modrá barva, Cu – oranžová barva



a)

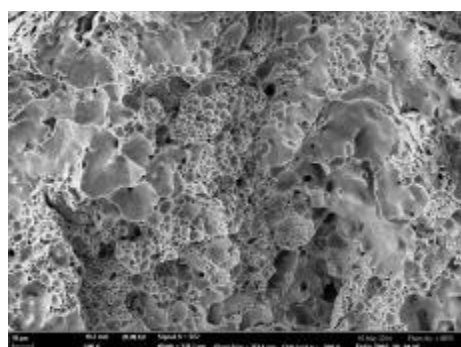


b)

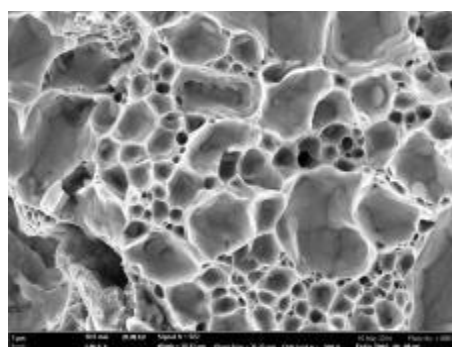
Obr. 153: EDS mapping detailu mikrostruktury: a) zobrazení analyzovaného detailu mikrostruktury, b) výsledky analýzy: Fe – modrá barva, Cu – oranžová barva

Tab. 19: Přehled prvků a jejich množství z provedené plošné analýzy

FeCu 700°C	
Prvek	At. %
Cu	92,4
Fe	7,6



a)



b)

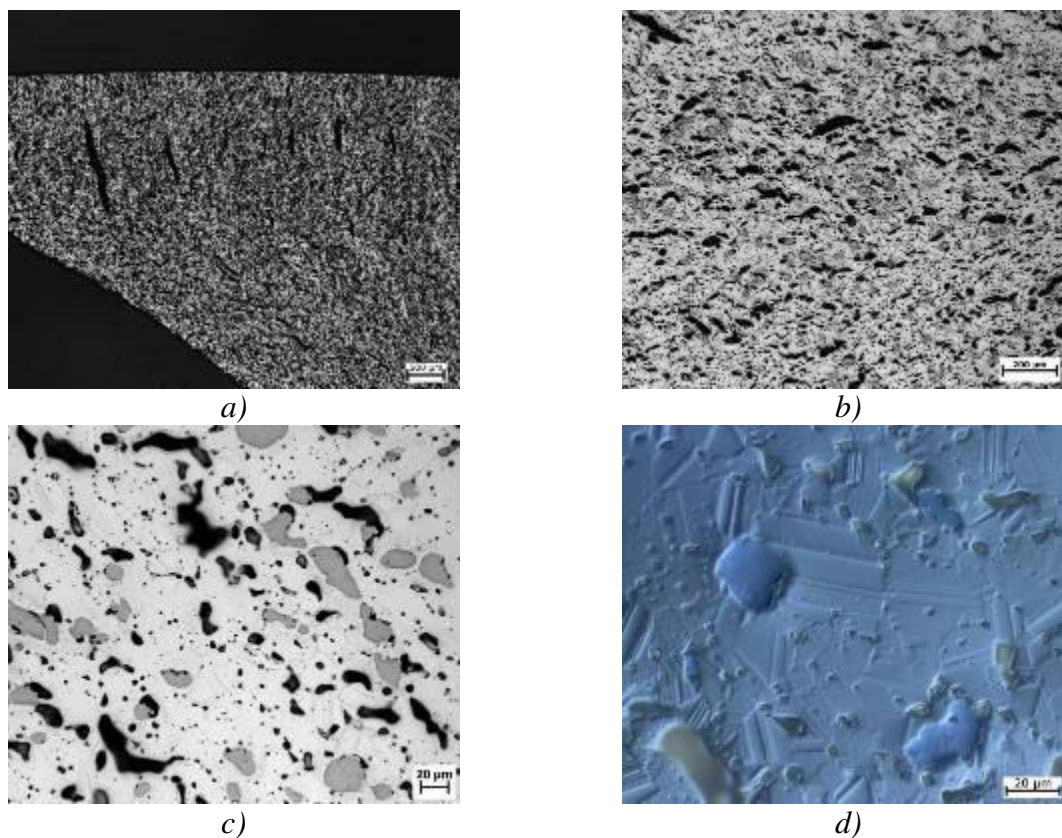
Obr. 154: Snímky lomové plochy vzorku FeCu žíhaného na 700 °C: a) 500× a b) 3000×

4.11.4 Vzorek žíhaný na teplotě 900 °C (2 hod.)

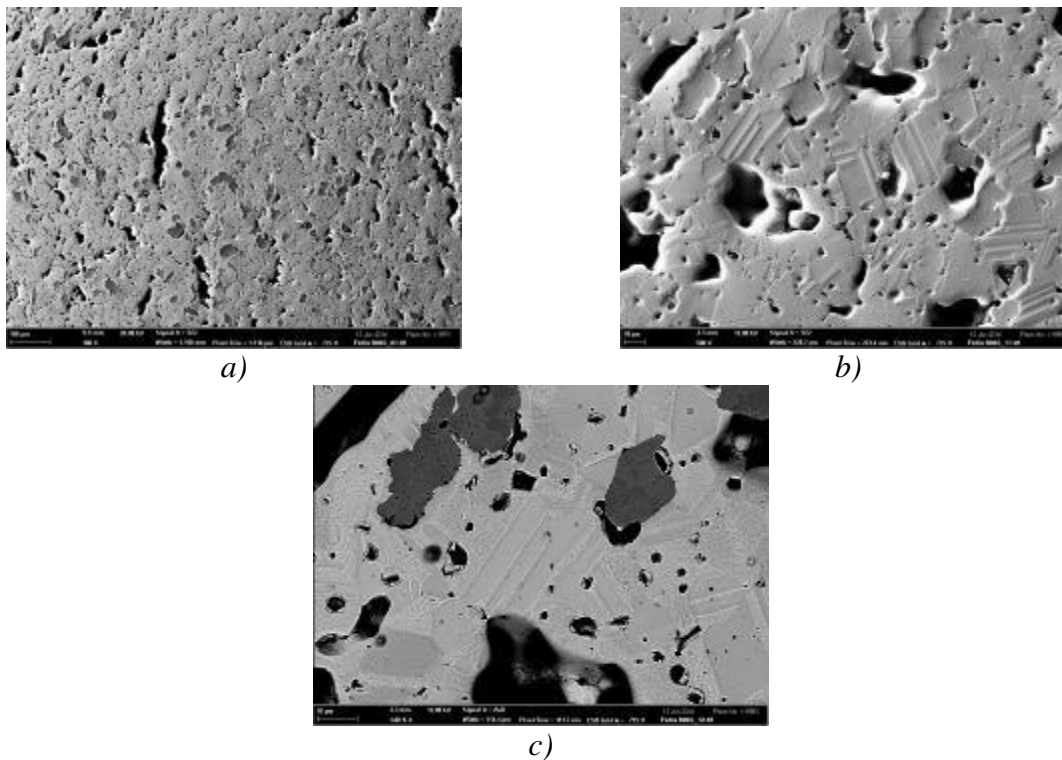
Mikrostruktura vzorku je zachycena na *obr. 155* a *obr. 156*. Ve vzorku se nachází oproti předcházejícímu vzorku enormní nárůst porezity. Póry vyskytující se okolo částic železa dosahují větší velikosti než u vzorku předešlého. Po celé ploše výbrusu lze pozorovat menší a větší póry, často téměř sférického tvaru. Na *obr. 155 a), b)* a *obr. 156 c)* si lze povšimnout, že uspořádání trhlin v nástriku je téměř usměrněné, tj. vyskytují se v jednom směru. Tento jev mohl vzniknout díky teplotnímu gradientu, protože tato část nástriku v malé hloubce pod povrchem mohla být rychleji ohřátá a rychleji ochlazená oproti zbylému kusu materiálu. Tímto mohlo dojít ke vzniku napětí, a tím pádem i ke vzniku trhlin. Pro lepší zviditelnění dvojčat byl pořízen snímek v polarizovaném světle na světelném mikroskopu, viz *obr. 155 d)*. Ve struktuře jsou opět vytvořena dvojčata, která vznikla ve větším množství než v předchozím vzorku. Jejich velikost je přibližně srovnatelná (několik μm). Na tomto snímku jsou zachycena dvojčata vyskytující přes celou oblast zrna, což spolu s jejich velikostí potvrzuje předchozí domněnku, že se jedná o růstová dvojčata. Kromě železných a měděných částic se ve struktuře vyskytují precipitáty mědi a železa. V železných částicích precipitovala sekundární měď a vytvářela v nich shluky precipitátů. V měděných částicích se vyskytovaly železné precipitáty.

Na rastrovacím elektronovém mikroskopu byla provedena lineární analýza přes oblast vyznačenou na *obr. 157*. Výsledek lineární analýzy je dán na *obr. 157*. Lineární analýza probíhala z oblasti železné částice do měděné matrice. Z této analýzy vyplývá, že v železné částici je malé množství mědi (4 at.% Cu). Na rozhraní částic železo–měď nedošlo k žádné zásadní interakci. Za rozhraním následuje matrice tvořená převážně z měděných částic s malým množstvím železa (také přibližně 3 at.% Fe). Dle plošné analýzy má struktura složení 88,6 at.% Cu + 11,4 at.% Fe, viz *obr. 158 a tab. 20*. Detail mikrostruktury, pro který byla provedena plošná analýza, je na *obr. 159*.

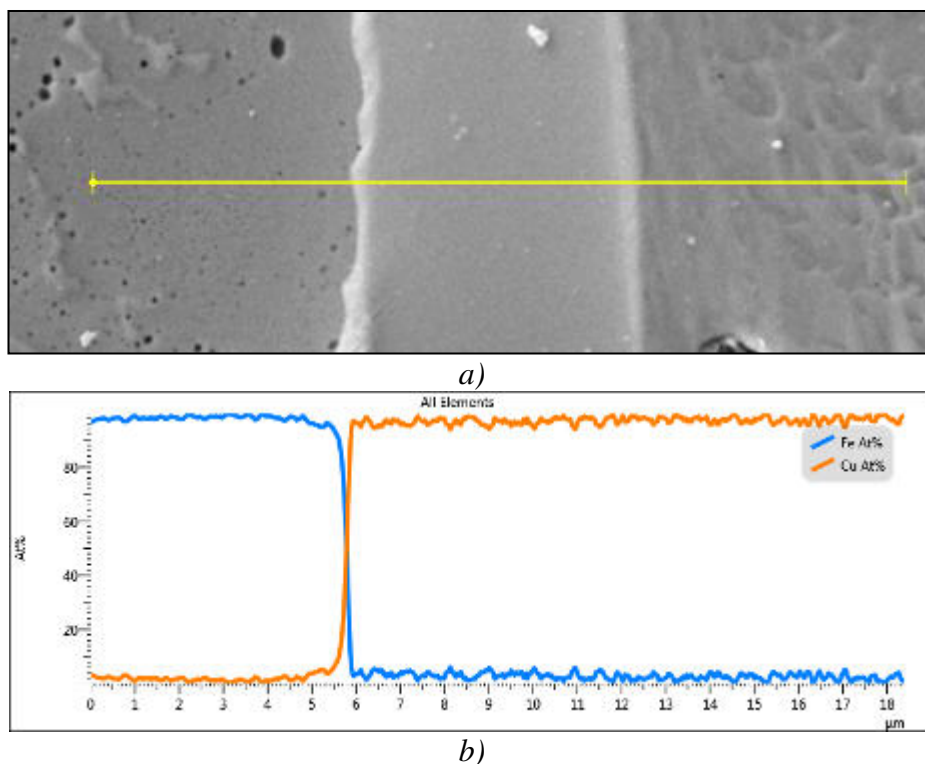
Z *obr. 160 a), b)* a *c)* vyplývá, že charakter lomu je tvárný s jamkovitou morfologií, nedošlo tedy ke změně charakteru lomu. Na hranicích částic opět vznikly částice pravidelného tvaru, které dosahují velikosti okolo 1 μm a které lze nalézt ve spodních částech jamek. Velmi zajímavou se ale jeví struktura, jež byla pozorovatelná pouze na površích porů, viz *obr. 160 d)* a *e)*. Tuto strukturu lze dokonce vidět i při zvětšení 500 \times jako tomu je na *obr. 160 b)*. Vzniklá struktura je vytvořena z pásů kuliček. Tyto pásy se navíc šíří z jedné částice do druhé. Vzdálenost mezi jednotlivými pásy kuliček se pohybuje dle snímku *obr. 160 e)* v rozmezí od 400 do 100 μm . Samotné pásy kuliček mají tloušťku od 150 do 350 μm . Na *obr. 160 f)* jsou zachycené pásy kuliček, z nichž je patrné, že jednotlivé kuličky dosahují velikosti okolo 10 μm . Na *obr. 160 d)* a *e)* je zaznamenána situace, při které se tyto pásy šíří ve tvaru kruhů. Další zajímavostí je usměrnění jednotlivých pásů a jednotlivých kuliček jedním směrem. V diskuzi budou diskutovány možnosti jejich vzniku. Mikrotvrdost železných částic byla 320 HV0,01 a měděných částic 86 HV0,01.



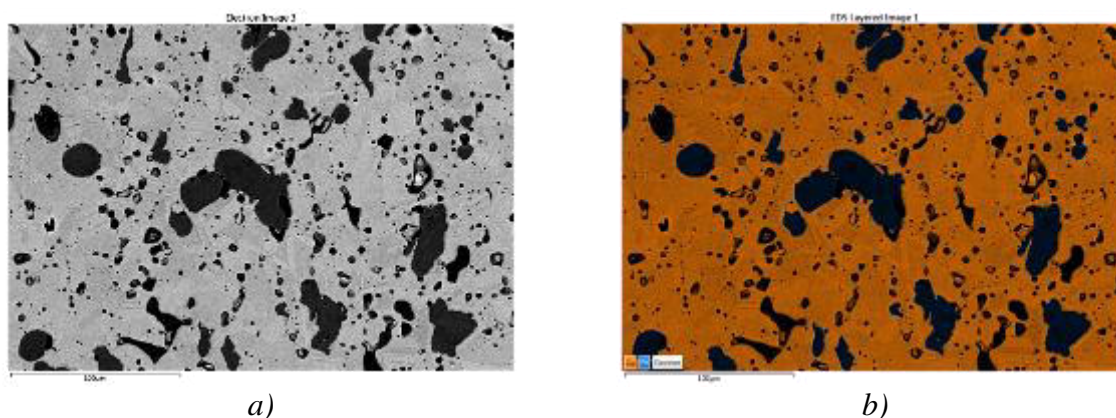
Obr. 155: Snímky mikrostruktury vzorku žíhaného na 900 °C, SM: a) 25×, b) 100×, c) 500 × a d) 1000× + polarizované světlo



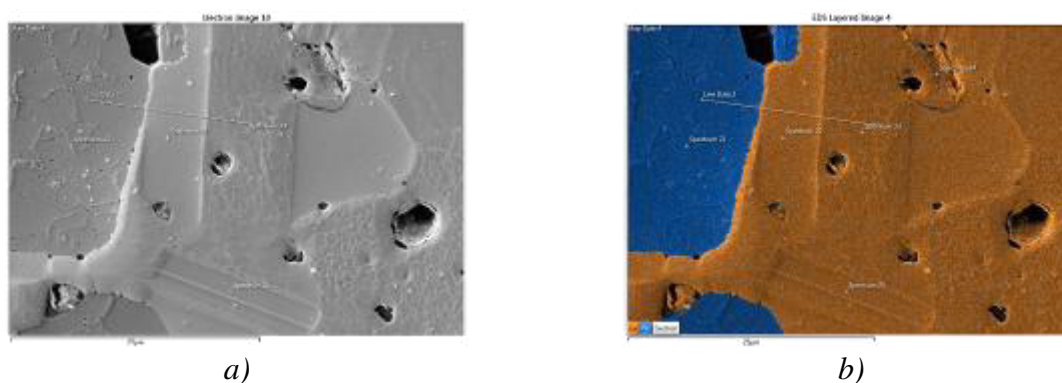
Obr. 156: Snímky mikrostruktury vzorku žíhaného na 900 °C, REM: a) 100×, b) 500× a c) 1000×



Obr. 157: Lineární analýza chemického složení: a) zobrazení analyzovaného místa, b) výsledný graf



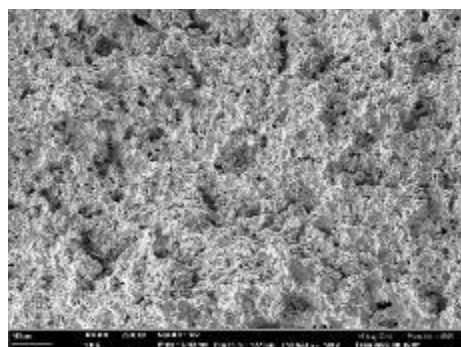
Obr. 158: EDS mapping: a) zobrazení analyzované plochy, b) výsledek analýzy: Fe – modrá barva, Cu – oranžová barva



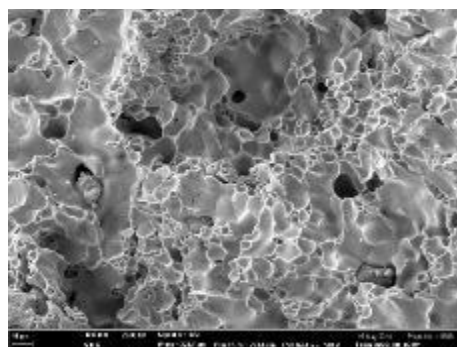
Obr. 159: EDS mapping detailu mikrostruktury: a) zobrazení analyzovaného detailu, b) výsledek analýzy: Fe – modrá barva, Cu – oranžová barva

Tab. 20: Přehled prvků a jejich množství z provedené plošné analýzy

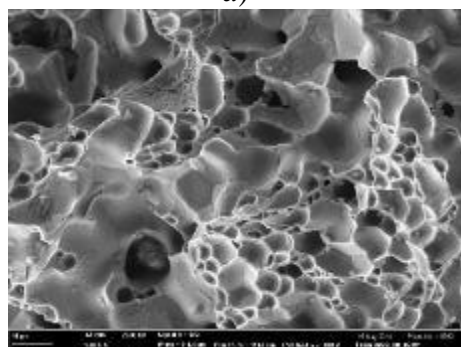
FeCu 900°C	
Prvek	At. %
Cu	88,6
Fe	11,4



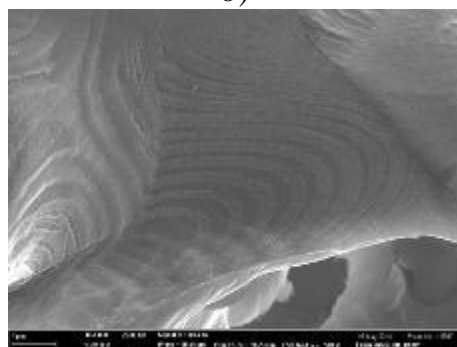
a)



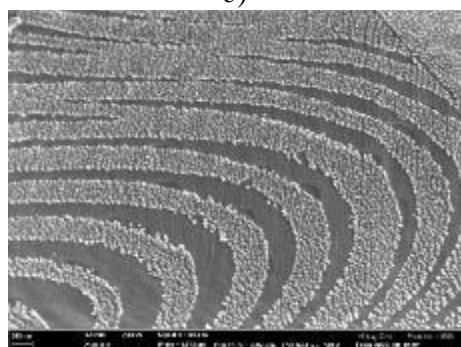
b)



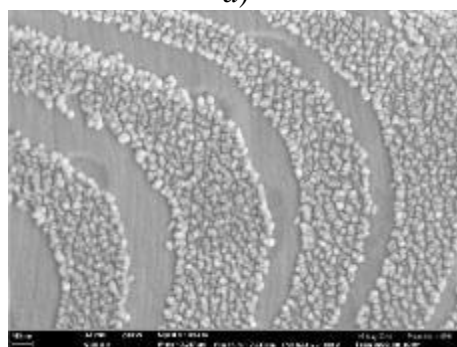
c)



d)



e)



f)

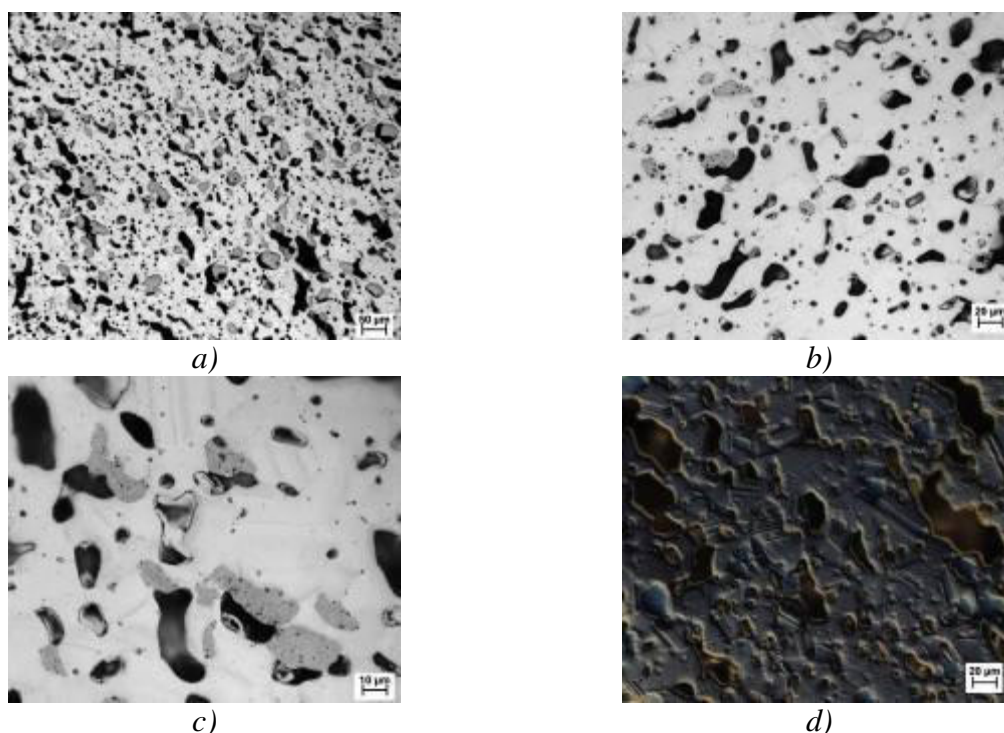
Obr. 160: Snímky lomové plochy, REM: a) 100×, b) 500×, c) 1000×, d) 10000×, e) 25000× a f) 50000×

4.11.5 Vzorek žíhaný na teplotě 1000 °C (2 hod.)

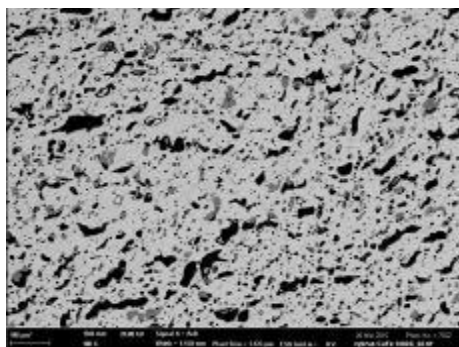
Ve struktuře vzorku žíhaného na teplotě 1000 °C se nacházely železné a měděné částice, viz *obr. 161* a *obr. 162*. Rozhraní mezi těmito částicemi bylo zřetelné. Struktura obsahovala vysoké množství různě velkých pórů. Tyto póry se vyskytovaly v měděných a železných částicích a na jejich rozhraních. V železných částicích se nacházely velikostně nejmenší póry. Celkově došlo k mírnému nárůstu porezity oproti předchozímu vzorku. Na snímcích jsou zachycena pravděpodobně růstová dvojčata, která mají přibližně stejnou velikost jako u předešlého vzorku. Tyto dvojčata sahají od jedné hranice zrna ke druhé. Na rastrovacím elektronovém mikroskopu byly zachyceny měděné precipitáty (sekundární měď) uvnitř částic železa, kde měly tendenci se shlukovat. V měděných částicích se naopak vyskytovaly malé precipitáty železa.

Lineární analýza (*obr. 163*) byla provedena z železné částice, ve které byly vyprecipitovány precipitáty, do měděné částice. Chemické složení v oblasti železné částice bylo 95 at.% Fe a 5 at.% Cu. Lineární analýza v této částici měla přibližně konstantní složení. Na rozhraní železné a měděné částice docházelo k pozvolnému přechodu chemického složení na délce zhruba 1 μm , takže lze předpokládat, že tyto dvě částice spolu mohly interagovat. Měděná částice měla chemické složení přibližně okolo 97 at.% Cu a 3 at.% Fe. Tato teplota byla tedy dostatečnou pro difúzi. Na plošné analýze lze pozorovat difúzi železných částic do okolních měděných částic, viz *obr. 164* a *tab. 21*. Oblasti měděných a železných částic, ve kterých je patrná difúze, jsou velmi malé. Chemické složení tohoto vzorku bylo podle plošné analýzy přibližně 90,4 at.% Cu a 9,6 at.% Fe.

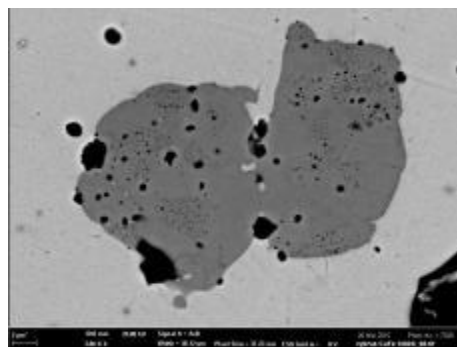
Charakter lomové plochy zůstal nezměněn. Lom probíhal tvárným porušením s jamkovitou morfologií (*obr. 165*). V některých místech lomu jsou usmyknuté okraje měděných částic. Na dně důlků se na více místech vyskytují malé částice o rozměrech přibližně 2 μm . Železné částice měly mikrotvrdost okolo 340 HV_{0,01} a měděné částice okolo 99 HV_{0,01}.



Obr. 161: Snímky nástřiku žíhaného na 1000 °C, SM: a) 200 \times , b) 500 \times , c) 1000 \times a d) 500 \times + polarizované světlo

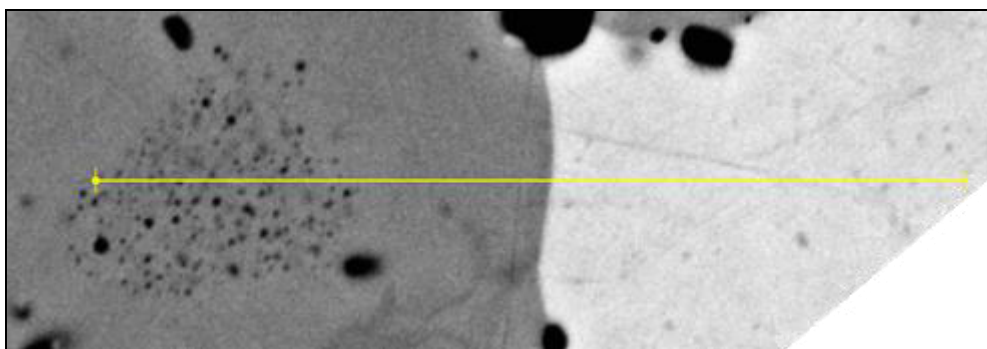


a)

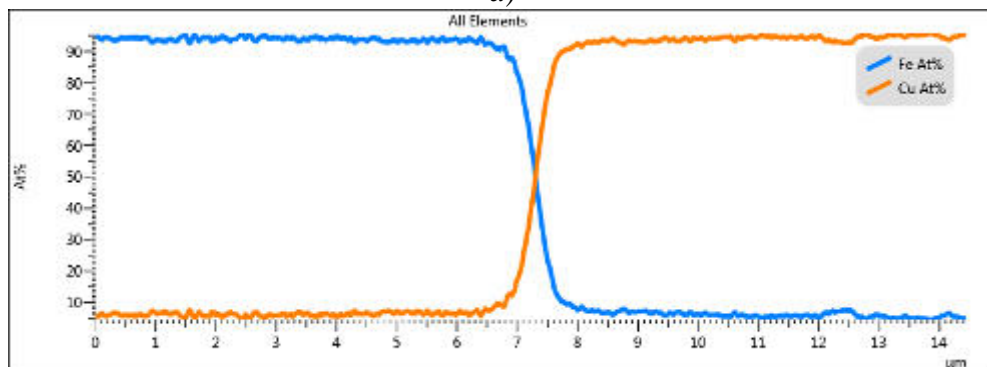


b)

Obr. 162: Snímky mikrostruktury vzorku žíhaného na 1000 °C, REM: a) 100×, b) 500× a c) 3000×

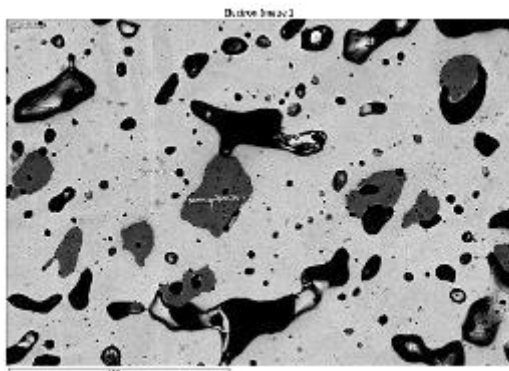


a)

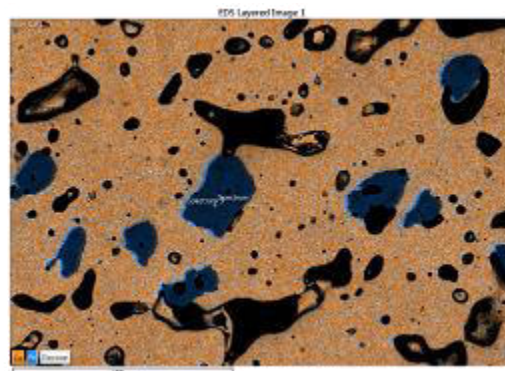


b)

Obr. 163: Lineární analýza chemického složení: a) zobrazení analyzovaného místa, b) výsledný graf



a)

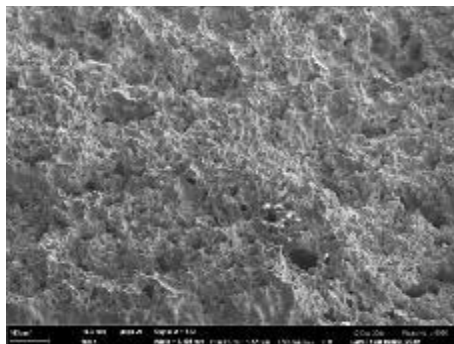


b)

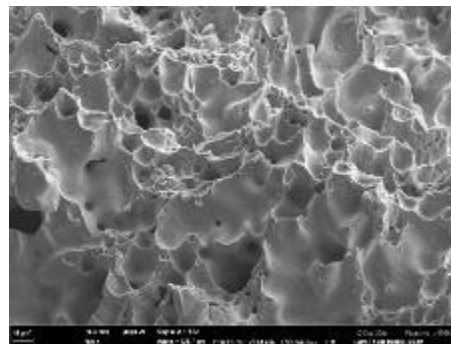
Obr. 164: EDS mapping: a) zobrazení analyzované plochy, b) výsledek analýzy: Fe – modrá barva, Cu – oranžová barva

Tab. 21: Přehled prvků a jejich množství z provedené plošné analýzy

FeCu 1000 °C	
Prvek	At. %
Cu	90,4
Fe	9,6



a)



b)

Obr. 165: Snímky lomové plochy žíhaného nástřiku na 1000 °C, REM: a) 100×, b) 500×

4.11.6 Vzorek žíhaný na teplotě 1100 °C (2 hod.)

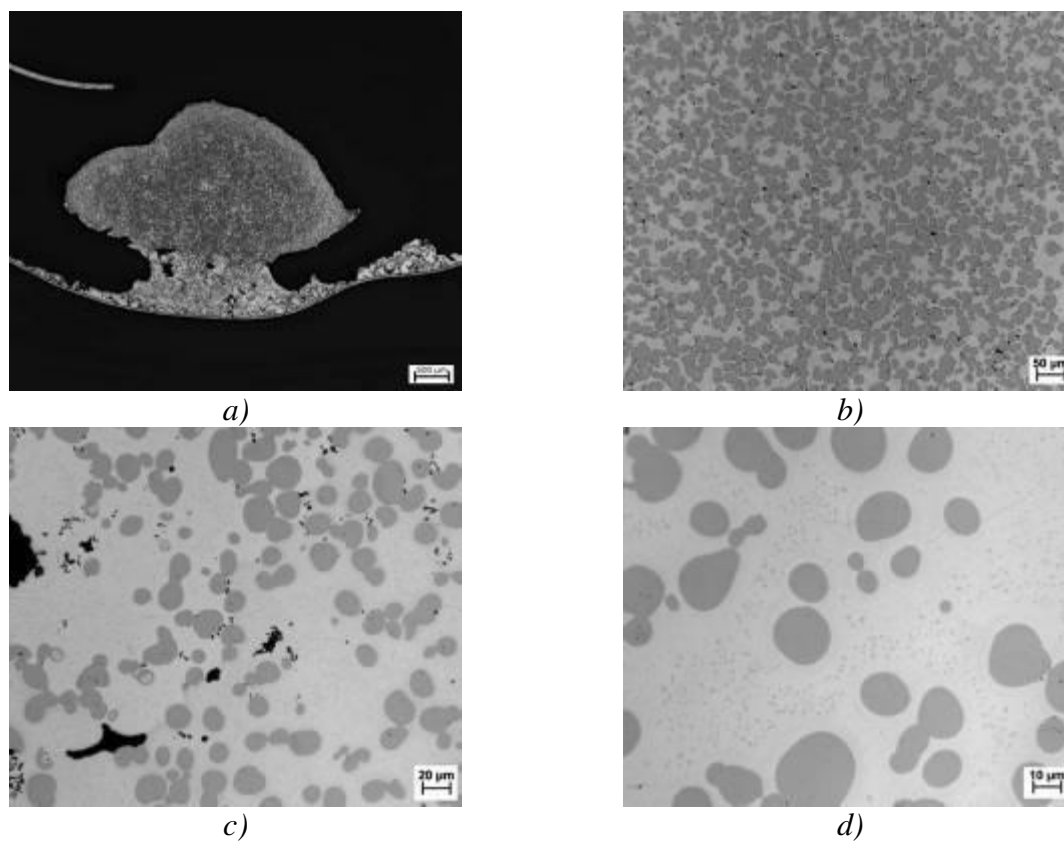
V průběhu žíhání prvního vzorku došlo k jeho úplnému roztavení. Vzorek se roztekl a dokonale přilnul k držáku v peci. Převážnou část doby výdrže byl ale vzorek v peci fyzicky pozorovatelný. Tento vzorek nebylo možné následně pozorovat a vyhodnocovat.

Jelikož na této teplotě dochází k úplnému roztavení vzorku, byl proveden experiment ještě jednou s lepším vybavením – keramickým kelímkem. Vzorek byl vybroušen na požadovaný rozměr tohoto kelímku, umístěn a uchycen na držák pomocí austenitické fólie. Po provedení experimentu se zjistilo, že vzorek se roztavil, přilnul a dokonale zatekl do austenitické fólie. Nástřík pokryl celý obvod austenitické fólie, kde docházelo k jejich vzájemnému dotyku. Přehledový snímek výbrusu tohoto vzorku je na *obr. 166 a)*, kde je zachycena i již zmiňovaná austenitická fólie. Během pozorování mikrostruktury nástřiku světelným mikroskopem, bylo možné pozorovat přilnutí nástřiku po celé ploše austenitické fólie, ve kterých docházelo alespoň k částečnému kontaktu. Struktura byla bohatá na železné precipitáty v měděných částicích (*obr. 166 a obr. 167*). Místy byly pozorovatelné menší oblasti měděných částic, které se nacházely přímo v železných částicích. V železných částicích jsou také místy pozorovatelné precipitáty sekundární mědi, které mají tendenci se shlukovat. Oblasti mezi železnými částicemi a měděnými částicemi, ve kterých nedošlo k precipitaci, jsou pozorovatelné na *obr. 166 d)* a *obr. 167 c)*. Tyto oblasti bez precipitátů jsou vytvořeny okolo železných částic. Precipitáty spolu s těmito oblastmi potvrzují, že ve vzorku proběhla difúze. Železné částice zde dosahují okolo 20 μm. Precipitáty mají velikost přibližně 1 μm. Porezita ve struktuře není nijak zvlášť výrazná. Po ploše byly rozmístěny menší póry přibližně sférického tvaru ve větším množství.

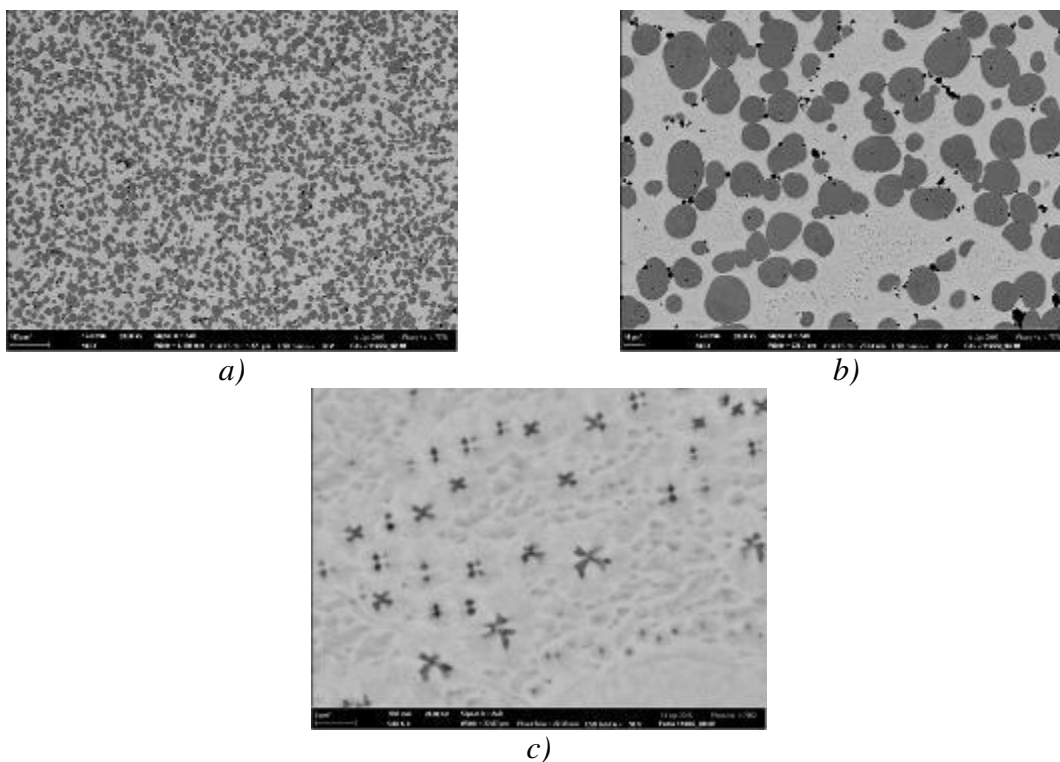
Lineární analýza byla provedena přes železnou částici do měděných částic. Výsledek je zachycen na *obr. 168*. Železná částice měla v sobě přibližně 8 at.% Cu. Rozhraní mezi měděnou a železnou částicí, ve kterém nejsou precipitáty, je velké okolo 6 μm. Za tímto

rozhraní se nachází oblast, kde již existují měděné částice s železnými precipitáty. Měděné částice mají v sobě zhruba 3 at. % Fe. Ostré peaky v lineární analýze značí místa, ve kterých došlo k přechodu analýzy přes precipitát železa v měděných částicích. Pro zjištění přibližného obsahu železa a mědi byla udělána plošná analýza, z níž vyplynulo, že žíhaný nástřík obsahuje 57,7 at.% Cu a 42,3 at.% Fe, viz *obr. 169* a *tab. 22*. Při plošné analýze byly oblasti výskytu měděných částic vybarveny oranžovou barvou a modrou barvou byly zaznačeny železné částice. Plošná analýza názorně ukazuje, kde všude proběhla difúze prvků. V měděných částicích jsou zakresleny železné precipitáty. Na dalším *obr. 170* je dán detail mikrostruktury, pro kterou byla provedena plošná analýza.

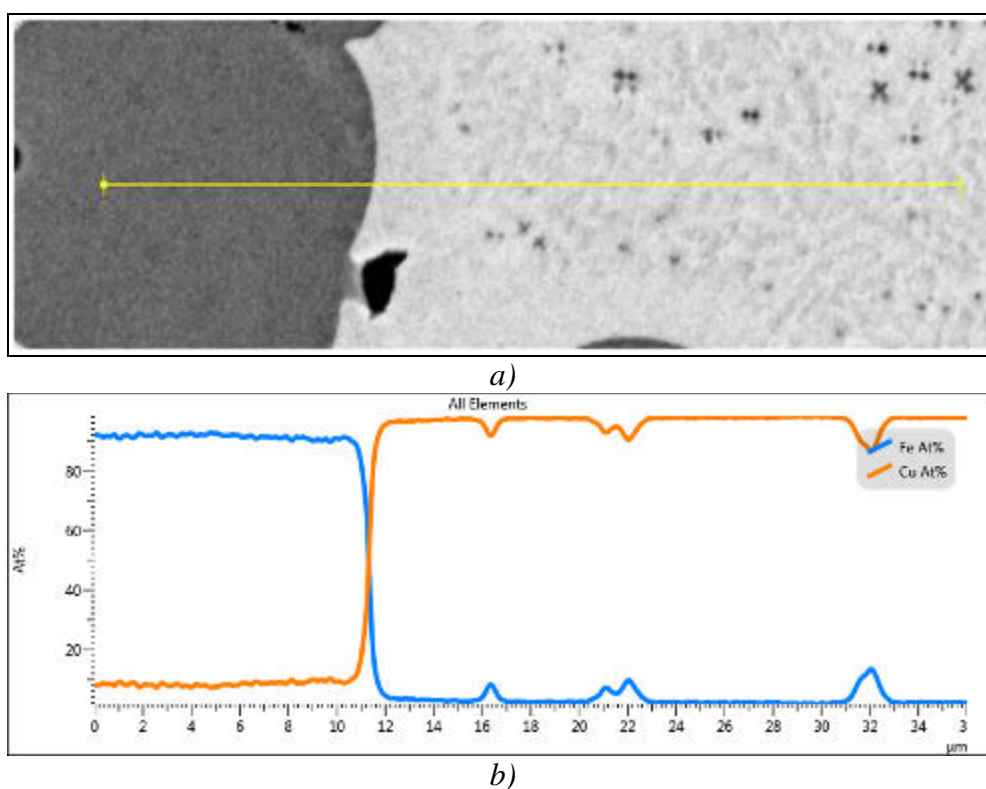
Mikrostruktura měděných částic s precipitáty dosahovala mikrotvrdosti 104 HV0,01 a u železných částic 412 HV0,01. Lomová plocha nebyla analyzovaná na tomto vzorku, jelikož nebylo možné rozlomit tak malý vzorek.



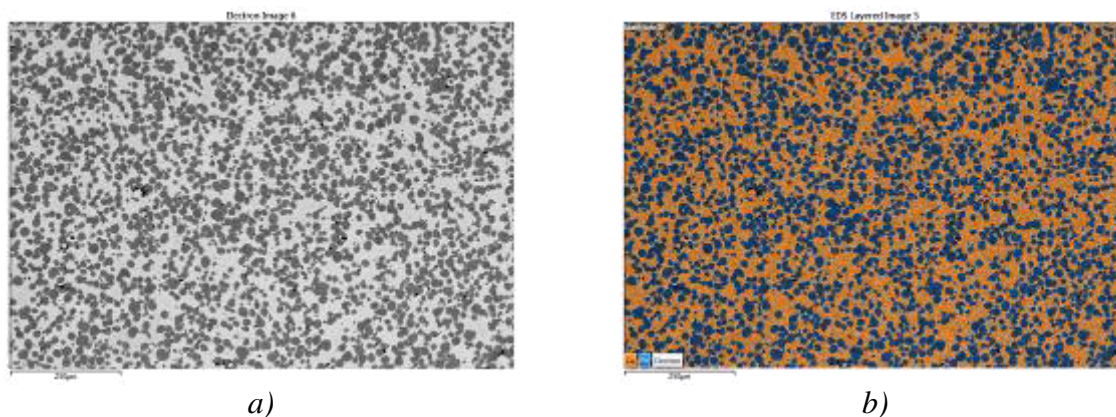
Obr. 166: Snímky vzorku žíhaného na 1100 °C, SM: a) 25×, b) 200×, c) 500× a d) 1000×



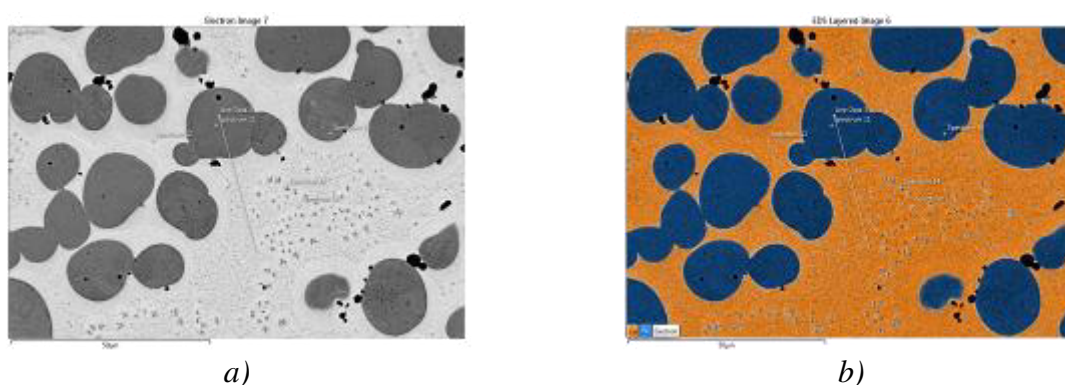
Obr. 167: Snímky mikrostruktury vzorku žíhaného na 1100 °C, REM: a) 100×, b) 500×, c) 5000×



Obr. 168: Lineární analýza chemického složení: a) zobrazení analyzovaného místa, b) výsledný graf



Obr. 169: EDS mapping: a) zobrazení analyzované plochy, b) výsledek analýzy: Fe – modrá barva, Cu – oranžová barva



Obr. 170: EDS mapping detailu mikrostruktury: a) zobrazení analyzovaného detailu, b) výsledek analýzy: Fe – modrá barva, Cu – oranžová barva

Tab. 22: Přehled prvků a jejich množství z provedené plošné analýzy

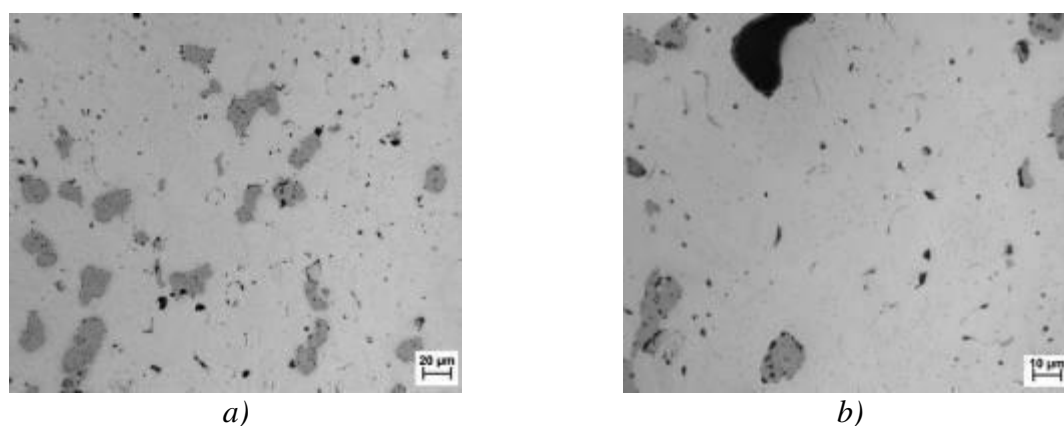
FeCu 1100°C	
Prvek	At. %
Cu	57,7
Fe	42,3

4.11.7 Vzorek žíhaný na teplotě 1000 °C (10hod.)

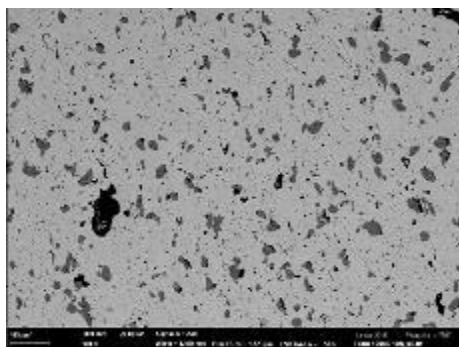
Mikrostruktura tohoto vzorku byla tvořena železnými částicemi, měděnými částicemi a precipitáty (*obr. 171 a obr. 172*). Tyto precipitáty se hlavně nacházely v měděných částicích a vznikly z atomů železa. Nicméně další část precipitátů se nacházela také v železných částicích a byla tvořena atomy mědi. Z tohoto faktu vyplývá, že podmínky, ve kterých byl proveden experiment, byly dostatečné pro difúzi. Precipitáty železa jsou vyloučeny v měděných částicích v obrovském množství. Oproti mikrostruktuře vzorků žíhaných na nižších teplotách lze pozorovat zhrubnutí železných precipitátů. Měděné precipitáty (sekundární měď) uvnitř železných částic mají tendenci se shlukovat. Ve struktuře měděných částic jsou stále pozorovatelná růstová dvojčata. Na snímcích jsou patrné oblasti okolo železných částic, jež dosahují velikosti okolo 5 μm . V těchto oblastech nedochází k žádné precipitaci železných precipitátů v měděných částicích. Na rozhraní železných a měděných částic vznikaly malé póry. Porezita vzorku podrobeného delší výdrži měla ve své struktuře menší množství pórů oproti vzorku žíhaného na stejné teplotě, avšak s menší délkou výdrže. Po celé ploše výbrusu vzorku se vyskytují velmi malé póry, místy větší. Větší póry se většinou nacházely v určitých konkrétních místech. Menší póry se mimo jiné nacházely uvnitř železných částic.

Lineární analýza byla provedena z železné částice do měděných částic, viz *obr. 173*. V železné částici bylo přibližně 8 at.% Cu a v měděných částicích okolo 3 at.% Fe. Chemické složení oblasti, přes kterou procházela lineární analýza, bylo rovnoměrné. Interakční oblast mezi měděnými částicemi a železnou částicí dosahovala velikosti přibližně 10 μm . Plošná analýza vybrané oblasti ukázala, že je nástřík v daném místě složen z 91,5 at.% Cu a z 8,5 at.% Fe (viz *obr. 174 a tab. 23*). Oranžovou barvou byla vyznačena místa výskytu mědi a modrou barvou byly vybarveny železné částice. Plošná analýza detailu mikrostruktury potvrzuje, že došlo k zhrubnutí železných precipitátů (*obr. 175*).

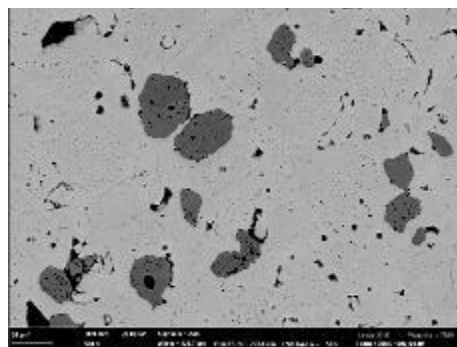
Lomová plocha vykazuje známky tvárného porušení, což je viditelné na *obr. 176*. Mikrotvrdost tohoto vzorku byla pro oblasti měděných částic s precipitáty okolo 102 HV0,01 a pro železné částice okolo 260 HV0,01.



Obr. 171: Snímky mikrostruktury dlouhodobě žíhaného vzorku, SM: a) 500 \times , b) 1000 \times

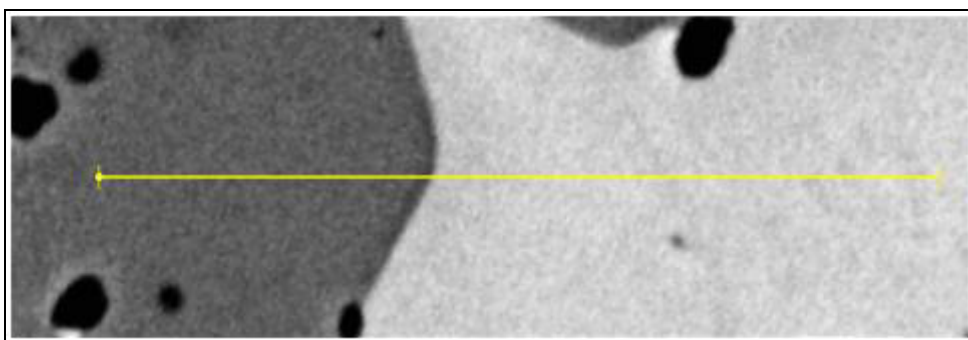


a)

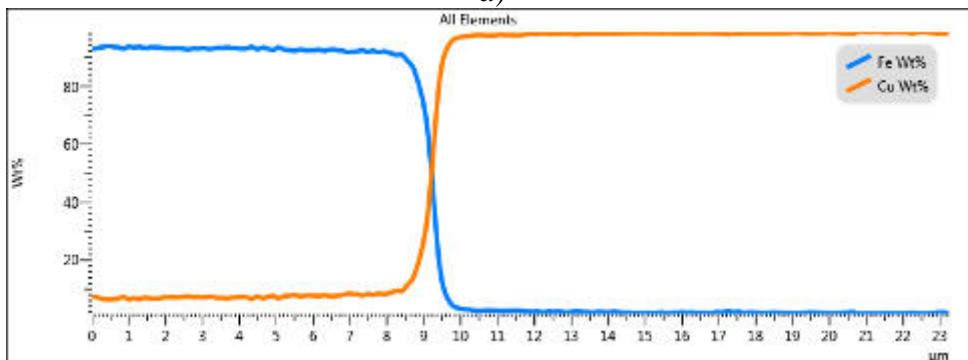


b)

Obr. 172: Snímky mikrostruktury dlouhodobě žíhaného nástřiku FeCu, REM: a) 100×, b) 500×

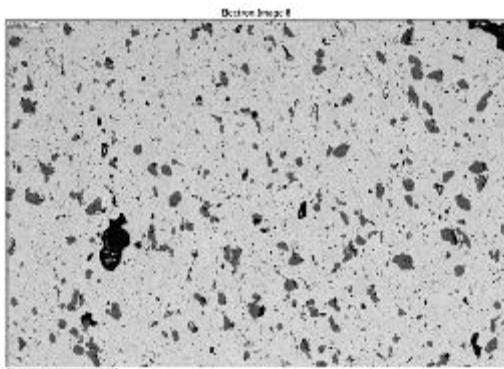


a)

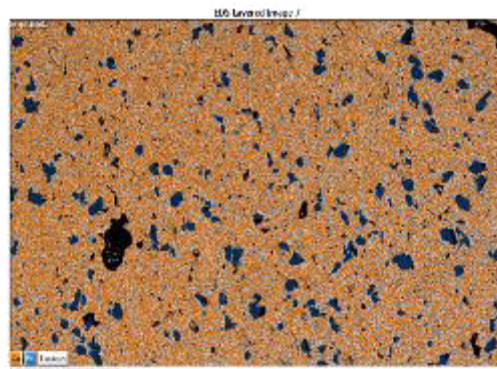


b)

Obr. 173: Lineární analýza chemického složení: a) zobrazení analyzované plochy, b) výsledný graf

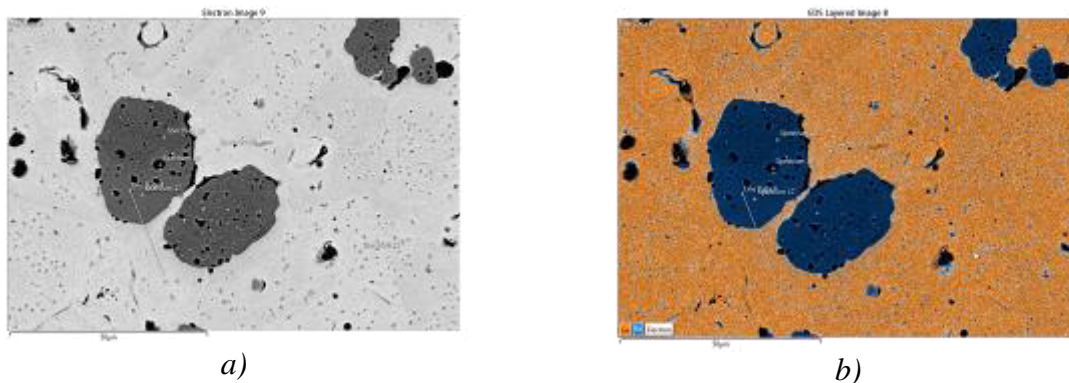


a)



b)

Obr. 174: EDS mapping: a) zobrazení analyzované plochy, b) výsledek analýzy: Fe – modrá barva, Cu – oranžová barva



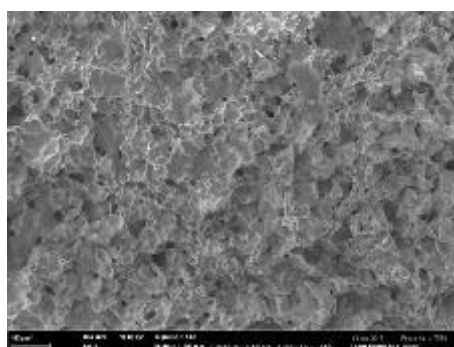
a)

b)

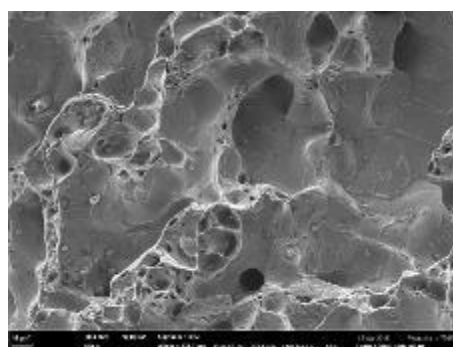
Obr. 175: EDS mapping detailu mikrostruktury: a) zobrazení analyzovaného detailu, b) výsledek analýzy: Fe – modrá barva, Cu – oranžová barva

Tab. 23: Přehled prvků a jejich množství z provedené plošné analýzy

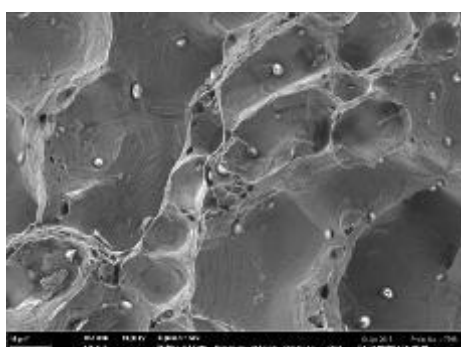
FeCu 1000 °C (10 hod.)	
Prvek	At. %
Cu	91,5
Fe	8,5



a)



b)



c)

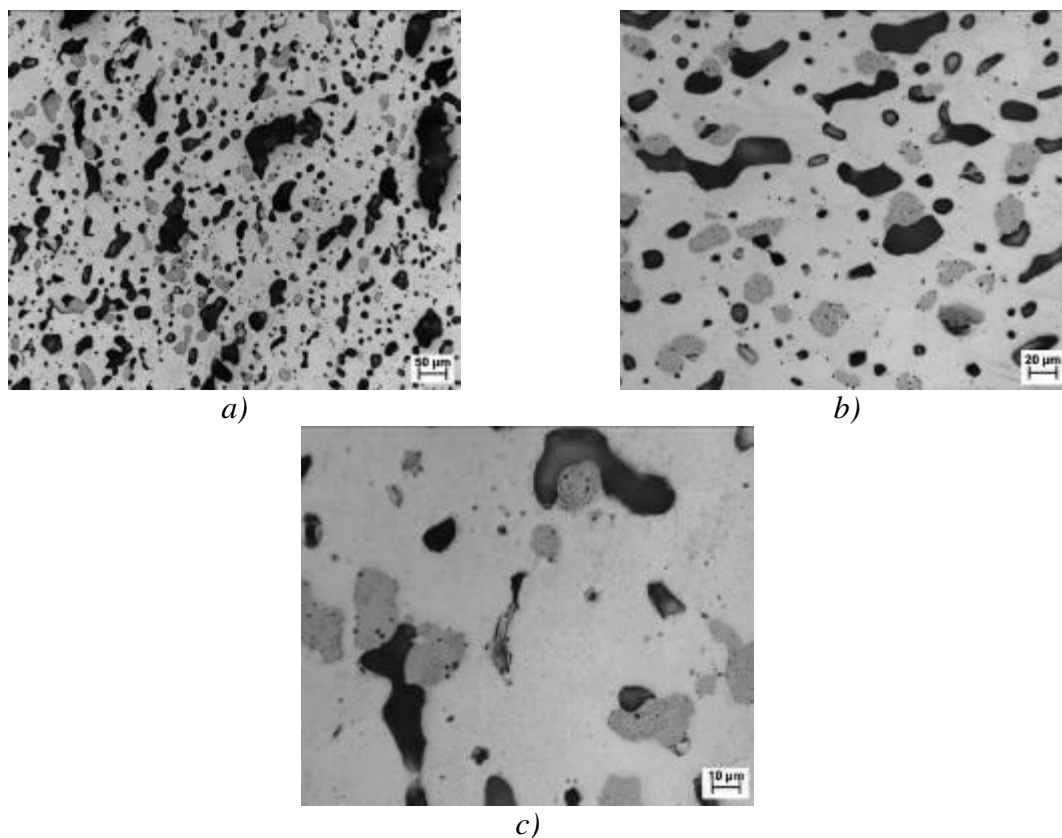
Obr. 176: Snímky lomové plochy vzorku dlouhodobě žíhaného na 1000 °C, REM: a) 100×, b) 500× a c) 1000×

4.11.8 Vzorek žíhaný na teplotě 1000 °C (10 hod.), 800 °C (2 hod.)

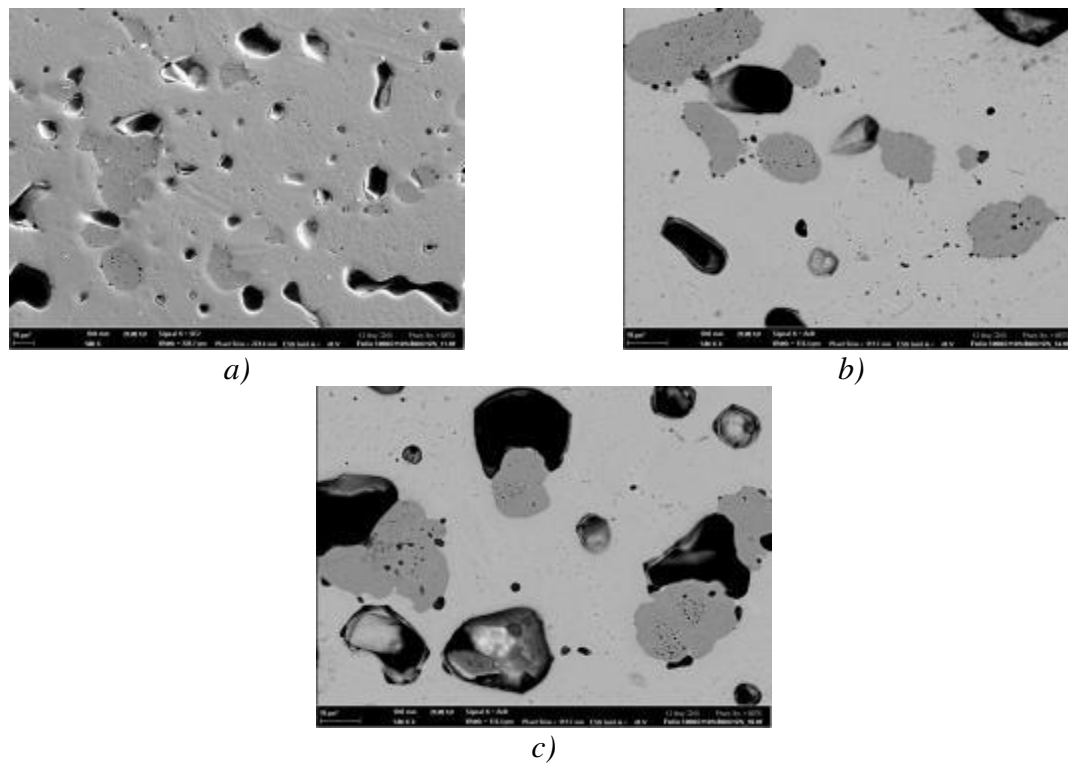
V mikrostruktuře vzorku jsou viditelné železné částice, měděné částice, precipitáty a póry (*obr. 177 a obr. 178*). Póry se vyskytují na celé ploše vzorku, přičemž ty největší se nachází na okraji vzorku. Jejich vznik může souviset s velkými teplotními gradienty, které vyvolaly větší napětí v této oblasti. Menší póry mají téměř sférický tvar, větší póry pak během svého růstu vytváří nepravidelné tvary. Na rozhraní železné částice a měděných částic se vyskytují nejmenší póry. Oproti vzorku, jenž byl žíhaný na 1000 °C po dobu 10 hod., vykazuje tento vzorek enormní nárůst porezity. Precipitáty v měděných částicích jsou vyloučeny po celé ploše vzorku. Místa jsou na snímcích ze světelného a elektronového mikroskopu patrná růstová dvojčata. Okolo železných částic je viditelná oblast, v níž se nenachází vyprecipitované částice. V železných částicích jsou vyprecipitované velmi malé částice mědi (sekundární měď), jež mají tendenci se uvnitř shlukovat. Celkově všechny precipitáty jsou hrubší oproti předchozímu vzorku.

Provedená lineární analýza je na *obr. 179*. Začátkem analyzovaného místa byla železná částice. Dále byly analyzované částice mědi. Podle průběhu lineární analýzy si lze povšimnout různých precipitátů. V železné částici jsou u chemického složení ostré peaky podle toho, ve kterém místě došlo k analýze měděných precipitátů uvnitř železné částice. Tato částice byla tvořena z 95 at.% Fe a z 5 at.% Cu. Za rozhraním železné a měděné částice jsou naopak analyzovány železné precipitáty v měděných částicích. V této části se nachází tuhý roztok o 97 at.% Cu a 3 at.% Fe. Oblast, pro kterou byla provedena plošná analýza, je zobrazena na *obr. 180*. Oranžová barva označuje měděné částice a modrá barva naopak patří železným částicím. Z této analýzy vyplynulo, že analyzovaná oblast byla tvořena z 91,4 at.% Cu a z 8,6 at.% Fe. Výsledky z plošné analýzy jsou na *tab. 24*. Plošná analýza byla také provedena pro detail mikrostruktury, viz *obr. 181*. Na něm lze snadno pozorovat, ve kterých místech se nachází železo a měď. Ze snímků je patrné, že železo je rovnoměrně rozmístěno mezi měděnými částicemi. Měděné precipitáty (sekundární měď) mají snahu se shlukovat blízko okrajům železných částic a dosahují větších rozměrů než železné precipitáty v měděných částicích.

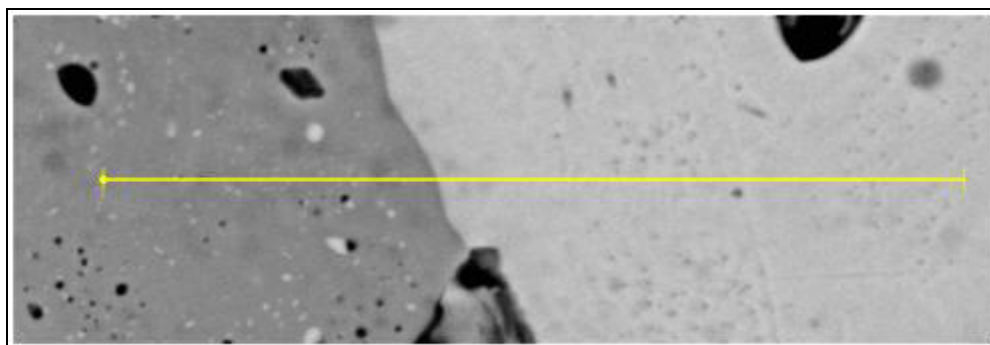
Lomová plocha je zachycena na *obr. 182*. Na těchto snímcích je viditelné větší množství pórů. Vzorek se porušil tvárným lomem v místech, ve kterých byly částice nástřiku spojeny. Tento lom má jamkovitou morfologii. Na lomové ploše jsou viditelné částice, které mají různou velikost. Dle bodových analýz se může pravděpodobně jednat o oxidické částice. Nacházejí se téměř v každé jamce a jsou dobře pozorovatelné i na površích pórů. Mikrotvrdost pro měděné částice byla naměřena okolo 95 HV0,01 a pro železné částice 299,6 HV0,01.



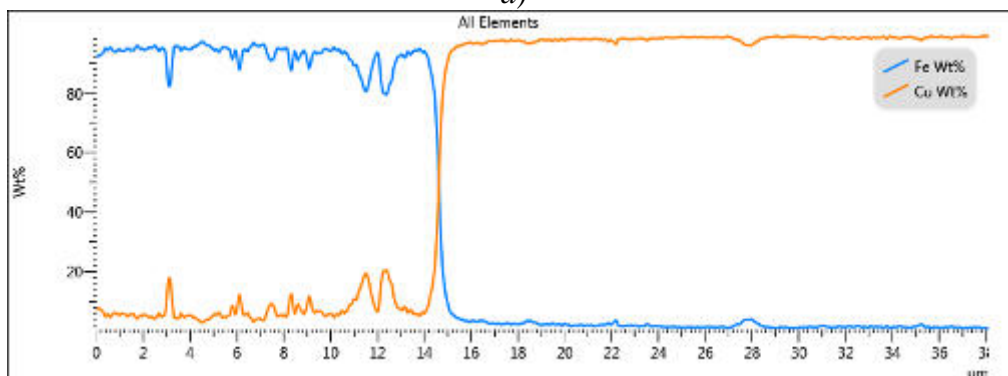
Obr. 177: Snímky vzorku FeCu vystaveného dlouhodobému a krátkodobému žihání, SM:
a) 200×, b) 500× a c) 1000×



Obr. 178: Snímky mikrostruktury vzorku dlouhodobě a krátkodobě žíhaného, REM: a) 500×, b) 1000× a c) 1000×

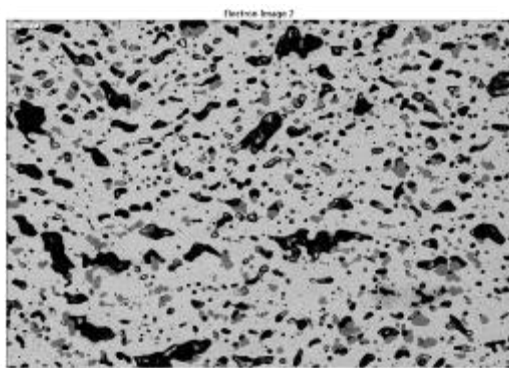


a)

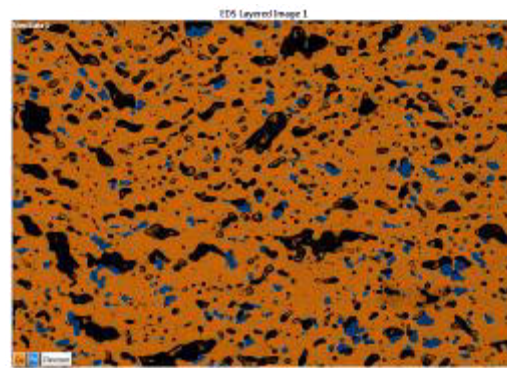


b)

Obr. 179: Lineární analýza chemického složení: a) zobrazení analyzovaného místa, b) výsledný graf

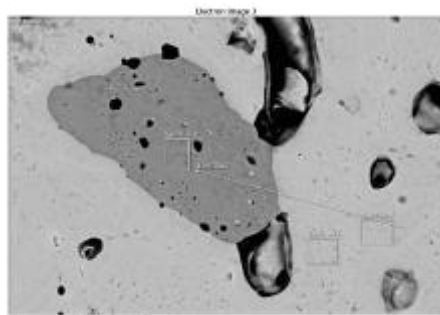


a)

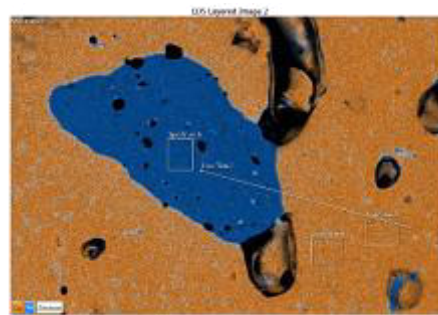


b)

Obr. 180: EDS mapping: a) zobrazení analyzované plochy, b) výsledek analýzy: Fe – modrá barva, Cu – oranžová barva



a)

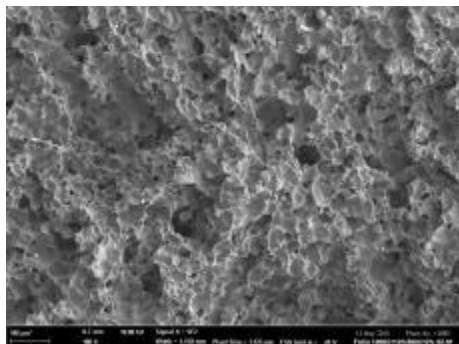


b)

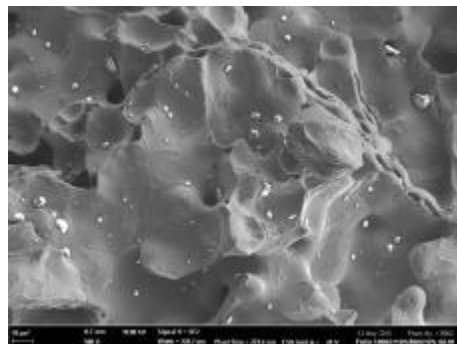
Obr. 181: EDS mapping detailu mikrostruktury: a) zobrazení analyzované plochy, b) výsledek analýzy: Fe – modrá barva, Cu – oranžová barva

Tab. 24: Přehled prvků a jejich množství z provedené plošné analýzy

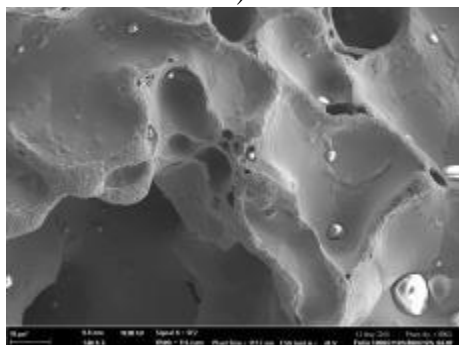
FeCu 1000°C (10hod.), 800°C (2 hod.)	
Prvek	At. %
Cu	91,4
Fe	8,6



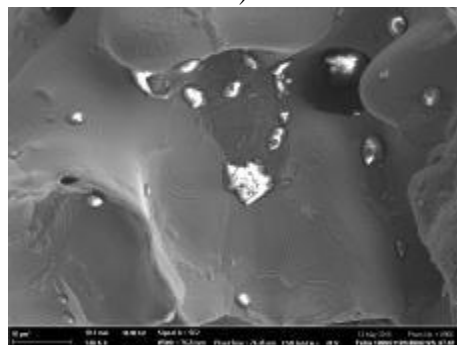
a)



b)



c)



d)

Obr. 182: Snímky lomové plochy: a) 100×, b) 500×, c) 1000× a d) 1500×

4.11.9 Shrnutí experimentů na vzorcích FeCu

Struktura tepelně nezpracovaného nástřiku byla tvořena částicemi železa a mědi. Tento nástřík neměl v sobě vneseny žádné trhliny ani mikrotrhliny. Částice nástřiku jsou dobře zapracovány do substrátu a vykazují dobrou přilnavost. Lomová plocha nástřiku vznikla dekohezí železa od měděných částic a oddělováním měděných částic mezi jednotlivými sploty. Matrice vzorku byla v podstatě tvořena měděnými částicemi. Nástřík byl vytvořen dle analýzy z rastrovacího elektronového mikroskopu tvořen z 90,3 at.% Cu a z 9,7 at.% Fe. Bohužel toto složení se výrazně lišilo od toho, v jakém poměru byly původně prášky smíchány. Jelikož z mikrostruktury vyplývá, že všechny jiné parametry byly v pořádku, je nutné, aby bylo pro další nanášení směsi těchto dvou prášku doladěné podávání prášku.

Na teplotě 700 °C se v mikrostruktuře vyskytovaly železné a měděné částice. Dále jsou v mikrostruktuře také dvojčata, která souvisí s rekrystalizací nástřiku. Difúze proběhla ve velmi malé míře (1 at.% Fe v měděné matici). Na této teplotě došlo k výrazné změně lomových ploch. Vzorek se porušoval tvárně a měl jamkovitou morfologii. Charakter lomu zůstal zachován i pro vyšší teploty. Pouze u vzorků podrobených dlouhým výdržím nastal tvárný lom v menším rozsahu, protože souvislé oblasti nástřiku dosahovaly malých rozměrů. Mikrotvrdost částic železa a mědi měla klesající tendenci až do teploty 900 °C. Na vyšších teplotách byla mikrotvrdost měděných částic mírně vyšší, což mohlo souviset s precipitací železných částic. Mikrotvrdost železných částic měla stále klesající tendenci.

Na teplotě 900 °C a vyšší se vyskytovaly v mikrostruktuře vždy železné částice, měděné částice a precipitáty. V měděné matici jsou pozorovatelná růstová dvojčata, jež patrně souvisí s rekrystalizačními pochody. S narůstající teplotou docházelo k hrubnutí precipitátů. S vyšší teplotou i narůstalo množství pórů. Na těchto teplotách byla vyloučena sekundární měď v železných částicích a železné precipitáty v měděných částicích. Na vzorcích žíhaných na vyšší teploty než 1000 °C a u vzorku s desetihodinovou výdrží došlo ke vzniku oblastí okolo železných částic, které neměly žádné precipitáty. Pravděpodobně je toto chování spojeno s difúzní reakcí v pevné fázi. Železné atomy se v této oblasti připojily buď k železné částici, anebo k precipitátům uvnitř měděných částic. Pokud by došlo k lokálnímu natavení, šlo by v tomto případě uvažovat následek peritektické reakce.

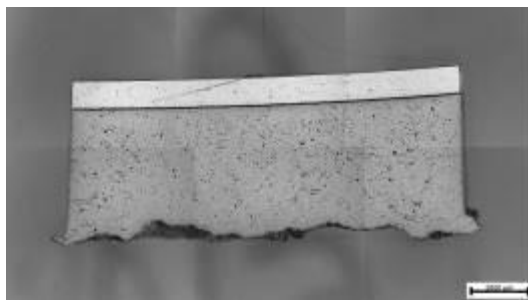
4.12 Nástřík FeNi

4.12.1 Vzorek tepelně nezpracovaný

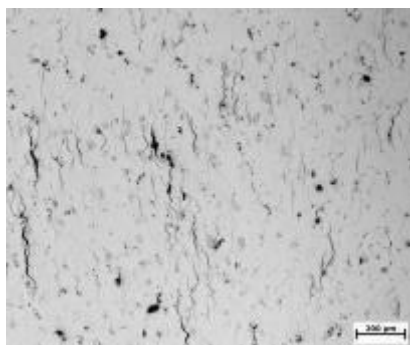
Nástřík FeNi měl tloušťku okolo 5 mm a ze všech tří nástřiků (FeAl, FeCu a FeNi) použitých v experimentální části byl nejmenší. Povrch celého nástřiku byl značně nerovnoměrný a spíše ukazoval na špatné depoziční vlastnosti těchto dvou prášků při daných parametrech nanášení. Přehledový snímek FeNi je na *obr. 183*. Na snímcích *obr. 184* a *obr. 185* lze pozorovat značný výskyt trhlin ve struktuře nástřiku. Některé trhliny dosahují velikosti i přes 200 μm . Původ těchto trhlin může souviset s použitím nevhodných parametrů během nanášení nástřiku. Nástřík je nesoudržný. Z tohoto důvodu bylo ztíženo řezání nástřiku a další zpracování, jelikož stačilo menší síly a nástřík se porušil, praskl a drolil se. Pokud by měl vzniknout další nástřík z těchto dvou materiálů, je nutné zvolit jiné parametry nanášení tak, aby bylo dosaženo soudržnosti a kompaktnosti celého nástřiku. Struktura je tvořena z částic železa a niklu. Železné částice jsou na snímcích tmavou barvou a niklové částice světlou barvou, viz *obr. 185*. Částice železa jsou většinou rovnoměrně rozmístěny ve struktuře. Matrice nástřiku je tvořena z niklových částic, jež jsou velmi deformované (viz *obr. 185*). Na rozhraní substrát–nástřík jsou nanesené částice dobře „zapracované“ do substrátu, lze tedy předpokládat dobrou soudržnost nástřiku na tomto rozhraní.

Provedená plošná analýza odhalila, že mikrostruktura tohoto vzorku je tvořena z 95,2 at.% Ni a ze 4,8 at.% Fe (*obr. 186, tab. 25*). Prášky niklu a železa ale byly smíchány v poměru Ni:Fe 60:40 at.%. Tato změna souvisí s již zmíněnými špatně zvolenými parametry nanášení těchto dvou prášků.

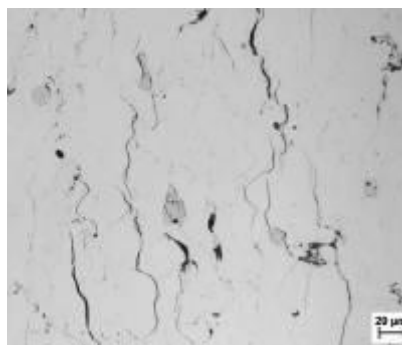
Z lomových ploch jsou patrná iniciační místa, ze kterých se postupně šířil lom. Jsou to v podstatě místa, kde se nacházely trhliny a ve kterých nebyly částice nástřiku v kontaktu. V místech, kde se vyskytovalo spojení jednotlivých částic prášků, probíhal lom převážně oddělováním částic (viz *obr. 187 b*). Mikrotvrdost niklových částic byla 349 HV_{0,01} a železných částic 809



Obr. 183: Přehledový snímek nástřiku FeNi, SM: 25×

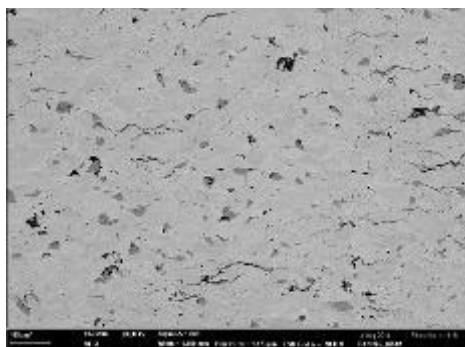


a)

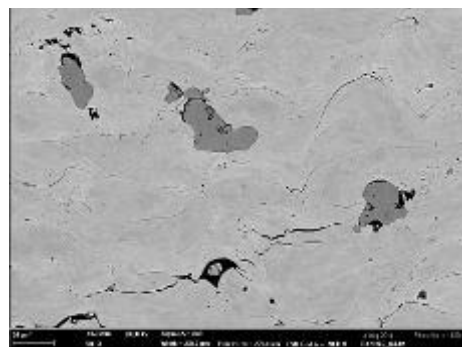


b)

Obr. 184: Snímky nástřiku FeNi, SM: a) 100×, b) 500×

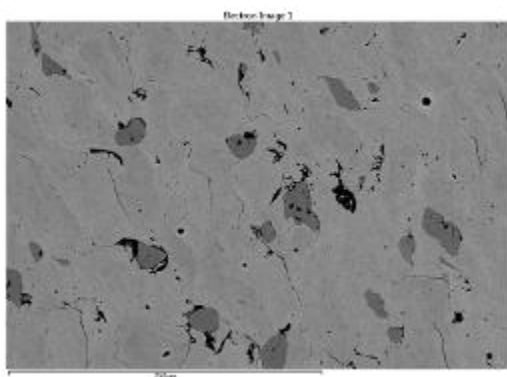


a)

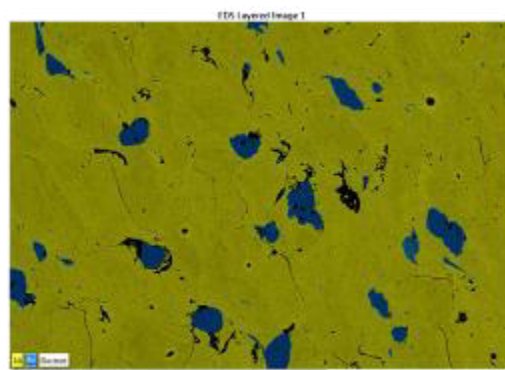


b)

Obr. 185: Snímky tepelně nezpracovaného nástríku FeNi, REM: a) 100×, b) 500×



a)

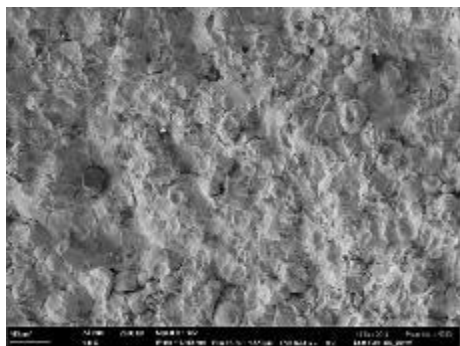


b)

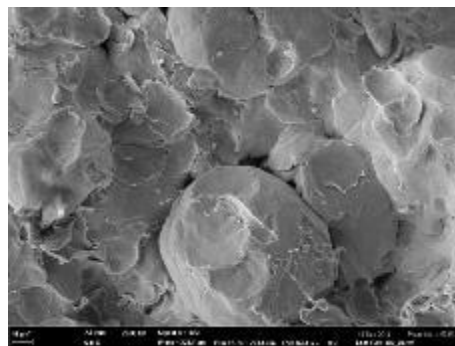
Obr. 186: EDS mapping: a) zobrazení analyzované plochy, b) výsledek analýzy: Fe – modrá barva, Ni – žlutá barva

Tab. 25: Přehled prvků a jejich množství z provedené plošné analýzy

FeNi 0°C	
Prvek	At. %
Ni	95,2
Fe	4,8



a)



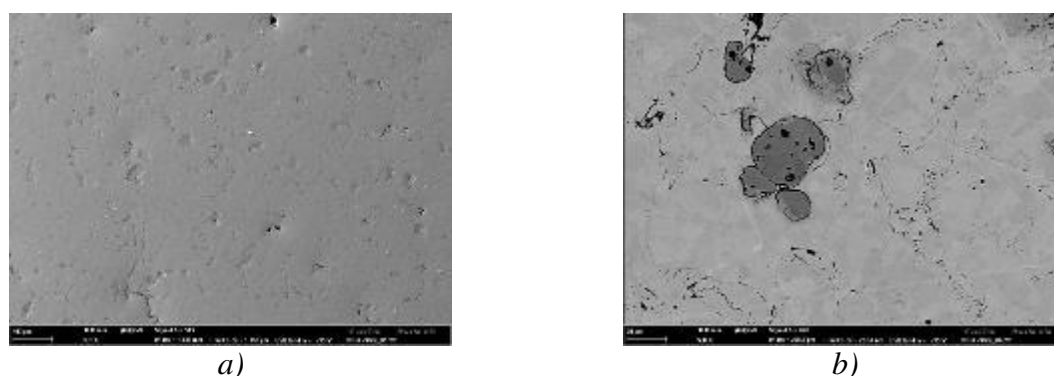
b)

Obr. 187: Snímky lomové plochy tepleně nezpracovaného nástríku, REM: a) 100×, b) 500×

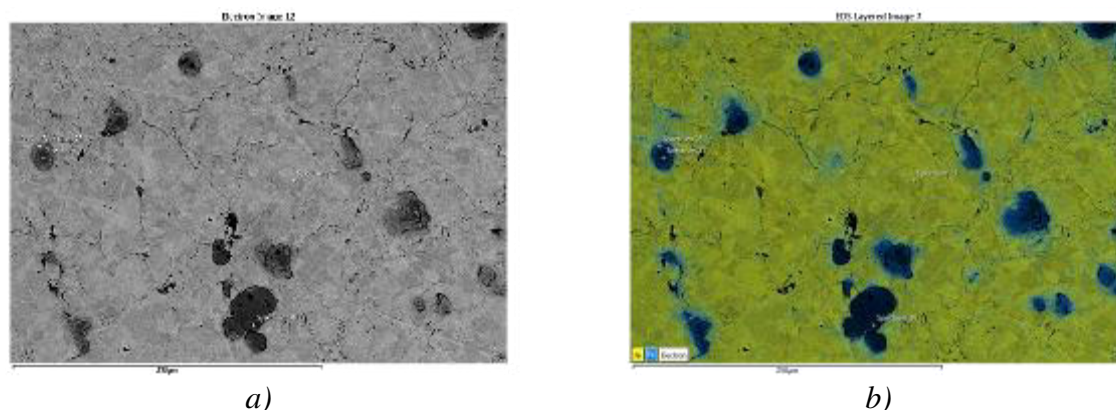
4.12.2 DSC vzorek – teplota 700 °C

Ve struktuře se nacházejí železné částice, jež jsou obklopené částicemi niklu (viz *obr. 188*). Tyto částice železa mají jasně rozlišitelné rozhraní. Ve vzorku se vyskytuje mnoho malých pórů a menší množství trhlinek. Póry se nacházejí na rozhraních splatů, okolo a uvnitř železných částic. Částice niklu mají ve své struktuře dvojčata. Z plošné analýzy vyplývá, že vzorek má složení o 94,7 at.% Ni a o 5,3 at.% Fe, viz *obr. 189* a *tab. 26*. DSC křivka ohřevu je zaznamenána na *obr. 190*. Tato křivka nevykazuje žádné exotermní ani endotermní reakce. Lze tedy konstatovat, že ve vzorku nedochází k žádné výrazné reakci. Na DSC křivce je zaznamenána změna magnetismu v nástřiku FeNi. Curieho teplota byla pro tento vzorek $T = 351\text{ °C}$. Pro čistý nikl je Curieho teplota na $T = 357\text{ °C}$.

Rentgenová analýza dokázala změřit v tomto vzorku pouze nikl. Tento výsledek mohl být ovlivněn malým obsahem železných částic ve struktuře.



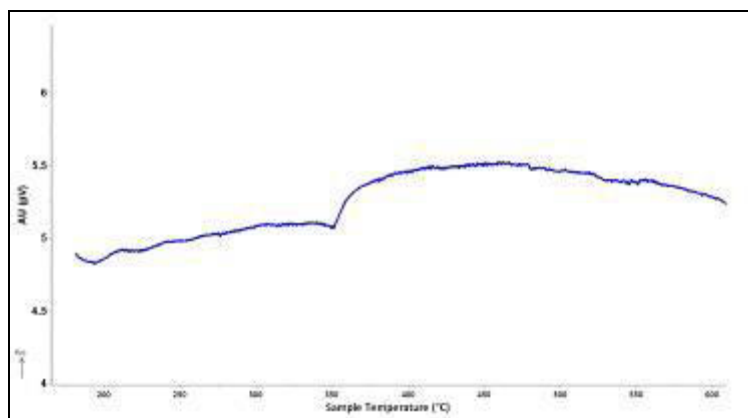
Obr. 188: Snímky mikrostruktury DSC vzorku FeNi ohřátého na 700 °C: a) 101×, b) 500×



Obr. 189: EDS mapping: a) zobrazení analyzované plochy, b) výsledek analýzy: Fe – modrá barva, Ni – žlutá barva

Tab. 26: Přehled prvků a jejich množství z provedené plošné analýzy

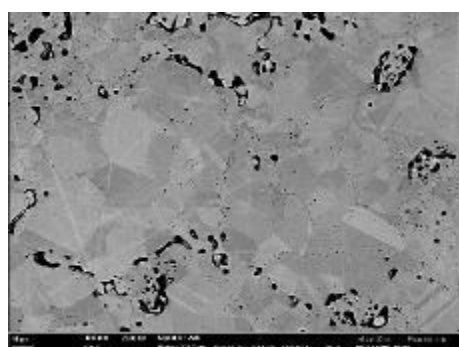
FeNi 700°C	
Prvek	At.%
Ni	94,7
Fe	5,03



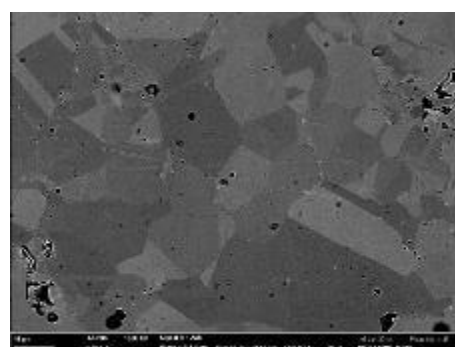
Obr. 190: DSC křivka ohřevu

4.12.3 DSC vzorek – teplota 1150 °C

Mikrostruktura vzorku je tvořena převážně homogenní strukturou. Tato teplota již byla dostatečná pro uskutečnění difúze. Atomy částic železa difundovaly do niklové matrice. Na místech, kde se dříve nacházely, jsou nyní póry. Nachází se zde větší porezita než v předešlém vzorku. Dvojčata vznikla téměř po celé ploše vzorku. Na *obr. 191* jsou patrná zrna tuhého roztoku. Chemické složení vzorku je dle plošné analýzy 95,8 at.% Ni a 4,2 at.%Fe. Plošná analýza je na *obr. 192*.

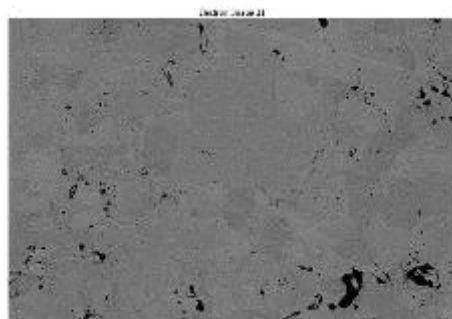


a)

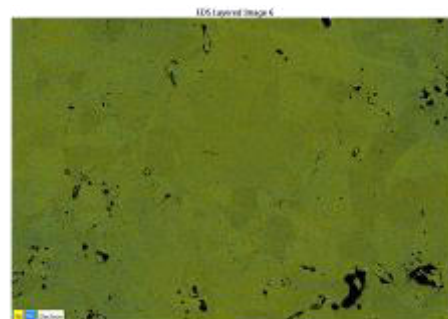


b)

Obr. 191: Snímky DSC vzorku ohřátého na 1150 °C, REM: a) 500× a b) 1000×



a)



b)

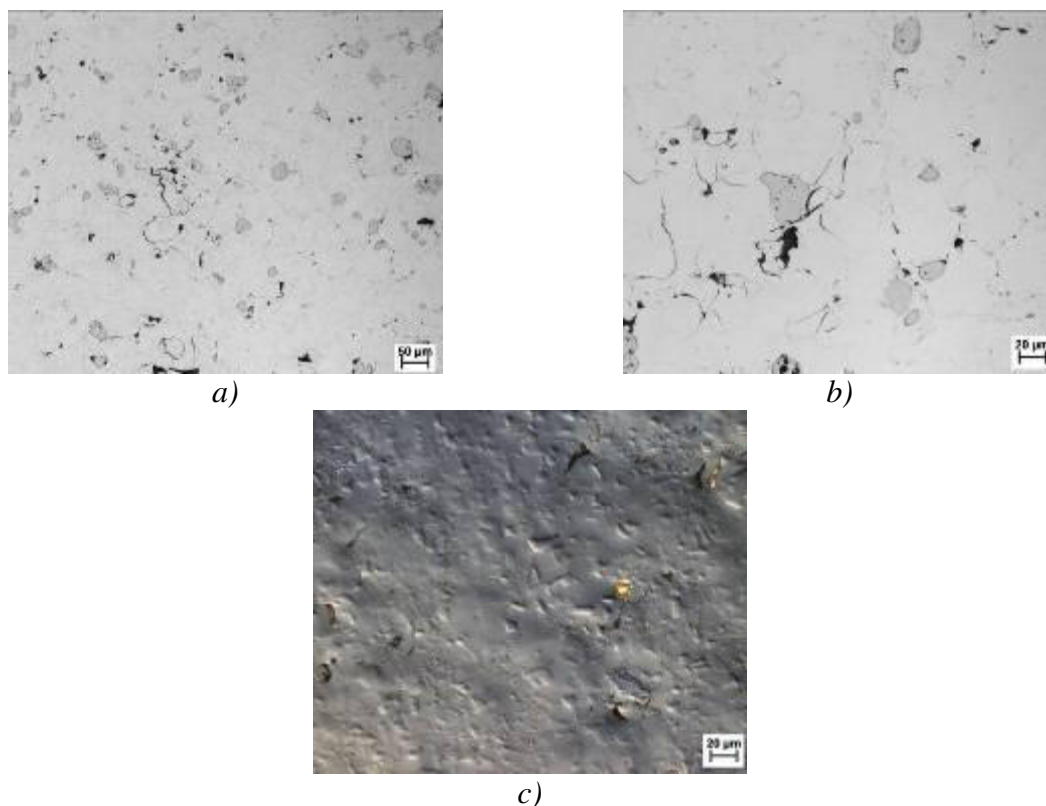
Obr. 192: EDS mapping: a) zobrazení analyzované plochy, b) výsledek analýzy: Fe – modrá barva, Ni – žlutá barva

4.12.4 Vzorek žíhaný na teplotě 500 °C (2 hod.)

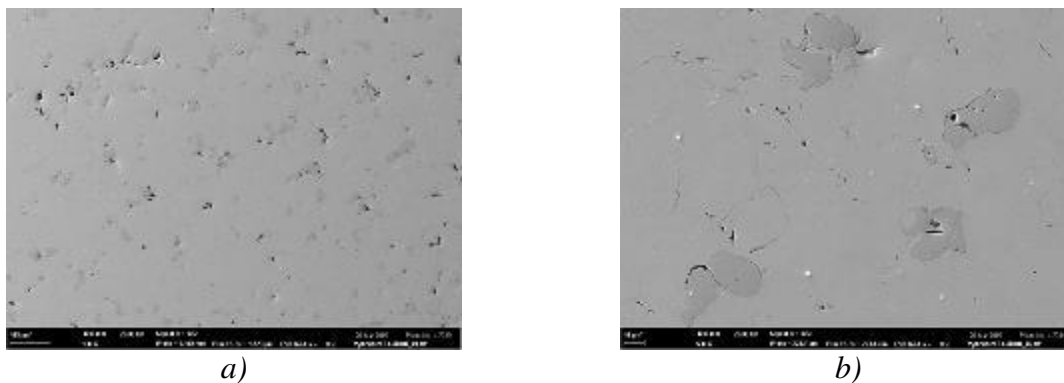
Již při prvním pohledu na mikrostrukturu tohoto vzorku je jasné, že ubylo množství trhlin (*obr. 193 a obr. 194*). Struktura se postupně „zaceluje“ a homogenizuje. Nachází se v ní částice železa a částice niklu. Póry se nacházejí v menším množství v železných částicích, poté na rozhraní železných a niklových částic a dále na hranicích splatek mezi niklovými částicemi. V niklové matici vznikla růstová dvojčata, která byla zachycena pro zvýraznění na světelném mikroskopu pomocí polarizovaného světla (*obr. 193 c*)).

Ze snímků mikrostruktury a lineární analýzy vyplývá, že při této teplotě nedošlo k difúzi na větší vzdálenost od železných částic. Lineární analýza (*obr. 195*) začala v železné částici a pokračovala do částice niklu. Chemické složení se na rozhraní těchto dvou částic postupně měnilo, přičemž vznikl v malé oblasti tuhý roztok o složení 85 at.% Fe a 15 at.% Ni. Toto složení odpovídá v diagramu oblasti fází Fe + FeNi₃. Za tímto tuhým roztokem v chemickém složení postupně začal převažovat nikl až do 100 at.%. Z plošné analýzy vyplynulo, že mikrostruktura je tvořena z 93,5 at.%Ni a ze 6,5 at.% Fe (*tab. 27*). Snímky z provedené plošné analýzy jsou na *obr. 196*. Na výsledcích z plošné analýzy je v niklových částicích zaznačen i výskyt železa. To může být způsobeno interakční oblastí primárního svazku elektronů a hmoty materiálů anebo kontaminací povrchu během přípravy metalografického vzorku.

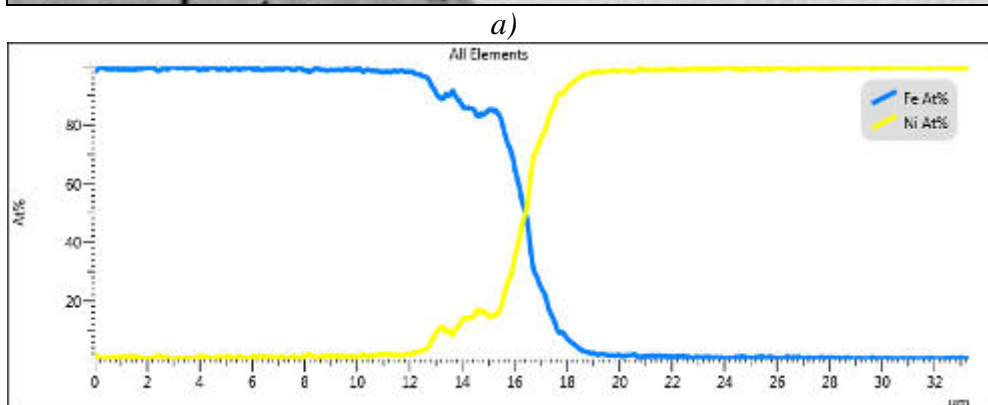
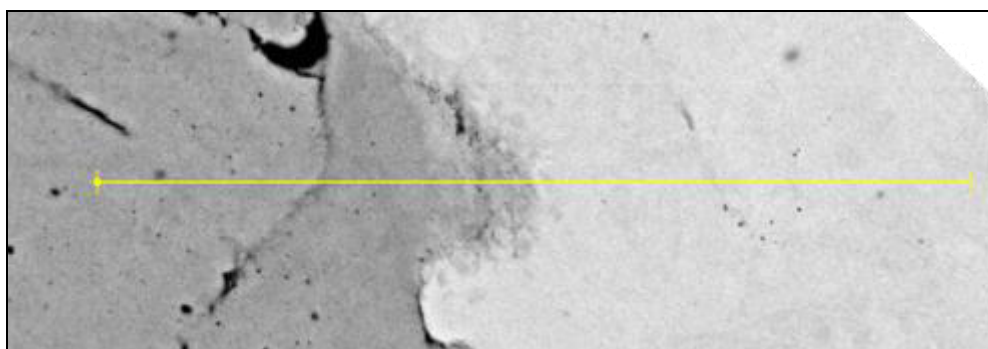
Lomové plochy byly zachyceny na *obr. 197*. Charakter lomu se víceméně nezměnil. Během porušování vzorku se oddělovaly železné částice od niklové matrice a místy docházelo ke štěpnému lomu. Dále je patrné, že se částice začínají více spojovat než, jak tomu bylo u částic vzorku tepelně nezpracovaného. Mikrotvrdost pro železné částice byla naměřena okolo 385 HV0,01 a pro niklové částice přibližně 153 HV0,01.



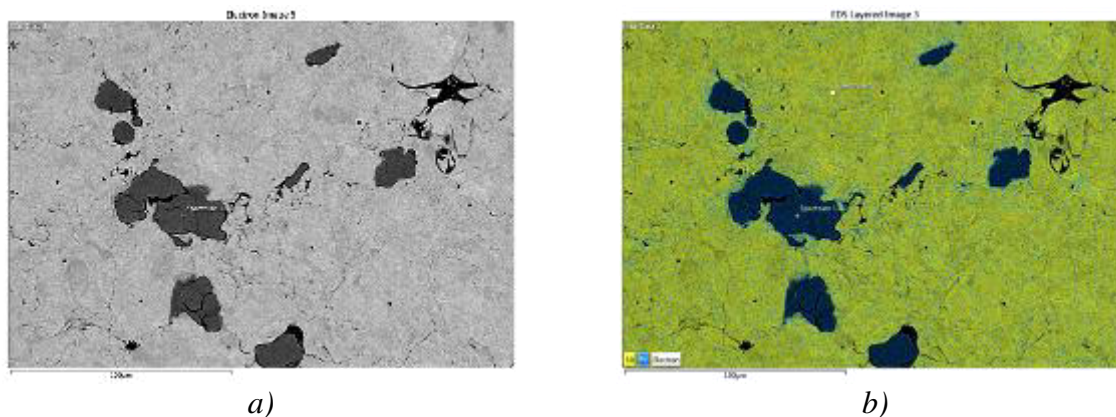
Obr. 193: Snímky vzorku žíhaného na 500 °C, SM: a) 200×, b) 500×, c) 500× + polarizované světlo



Obr. 194: Snímky vzorku FeNi žíhaného na 500 °C, REM: a) 100× a b) 500×



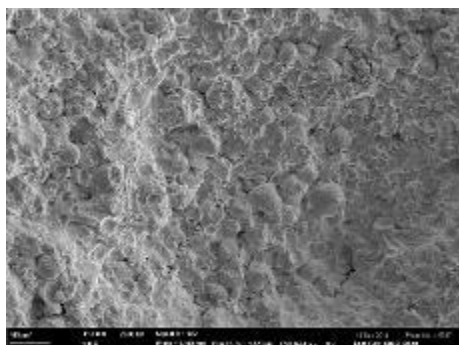
Obr. 195: Lineární analýza chemického složení: a) zobrazení analyzovaného místa, b) výsledný graf



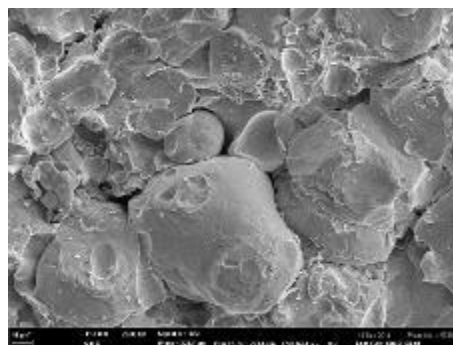
Obr. 196: EDS mapping: a) zobrazení analyzované plochy, b) výsledek analýzy: Fe – modrá barva, Ni – žlutá barva

Tab. 27: Přehled prvků a jejich množství z provedené plošné analýzy

FeNi 500 °C	
Prvek	At. %
Ni	93,5
Fe	6,5



a)



b)

Obr. 197: Snímky lomové plochy tepelně zpracovaného nástřiku na 500 °C: a) 100×, b) 500×

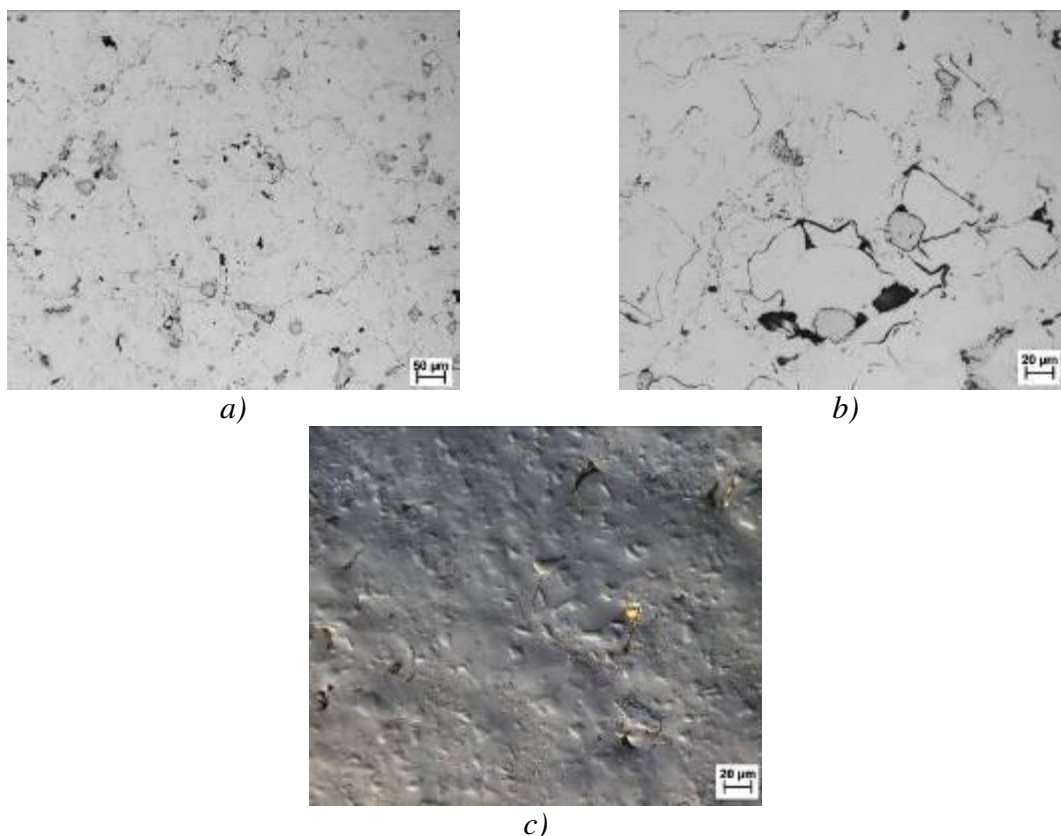
4.12.5 Vzorek žíhaný na teplotě 700 °C (2 hod.)

Ve struktuře se vyskytovaly částice železa a částice niklu (viz *obr. 198* a *obr. 199*), které nevykazují ostré rozhraní mezi sebou navzájem. Díky vyšší teplotě a snímkům mikrostruktury je patrné, že došlo k difúzi ve větší míře. Částice železa jsou tedy rozpouštěny do niklové matrice. Kromě těchto částic se v mikrostruktuře nachází tuhé roztoky, jež vytváří izolované oblasti mezi niklovými částicemi. Tyto tuhé roztoky nejsou na fotkách příliš výrazné a je nutné bližší prozkoumání. Po ploše celého vzorku došlo k zacelení některých trhlin. Dvojčata, která vznikla, byla větší oproti předchozímu vzorku a jsou zachycena na *obr. 198 c*) v polarizovaném světle. Porezita je větší než u předchozího vzorku a vyskytuje se po okrajích železa a po hranicích splatek niklových částic. Celkově větší porezita ve struktuře může souviset s větší mírou difúze oproti předchozímu vzorku. Okraje železa, jež jsou rozpouštěny do niklových částic, mají velké množství menších pórů téměř po celé jejich ploše a hlavně v místech, kde se předtím nacházelo rozhraní železo–nikl. Příklad difúze železné částice obklopené niklovými částicemi je na *obr. 199*. V tomto případě se zřejmě jedná o Kirkendallovu porézitu.

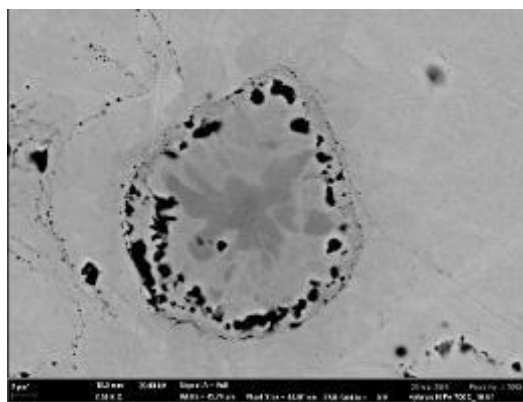
Lineární analýza byla provedena pro přechod mezi železnou a měděnou částicí. Chemické složení vychází ze 100 at.% Fe a postupně se snižuje, v závislosti na chemickém složení daných tuhých roztoků. Nejprve se snižuje na hodnotu přibližně 85 at.% Fe, pak se náhle zvyší na hodnotu okolo 92 at.% Fe. Za touto částí tuhého roztoku bohatého na železo dochází ke skokové změně chemického složení na hodnotu 70 at.% Fe a poté na hodnotu 60 at.% Fe. Za touto hodnotou dochází k dalšímu prudkému nárůstu v chemickém složení, a to na 70 at.% Fe. Po tomto posledním skoku se chemické složení pozvolna a postupně mění až do 100 at.% Ni. Lineární analýza byla provedena přes tuhé roztoky, které se od sebe lišily množstvím železa. Tyto tuhé roztoky by pravděpodobně měly být fází FeNi₃. Výsledky plošné analýzy naznačují, že struktura vzorku je tvořena 94,7 at.% Ni a 5,3 at.% Fe (*tab. 28*). Plošná analýza je znázorněna na *obr. 201*. Výsledky bodových analýz odhalily, že železné

částice obsahovaly okolo 0,5 at.% Ni. Další bodové analýzy byly provedeny pro tuhý roztok, který měl složení o 74 at.% Fe a 26 at.% Ni. Toto složení odpovídá fázi FeNi, která pravděpodobně vznikla v nástřiku.

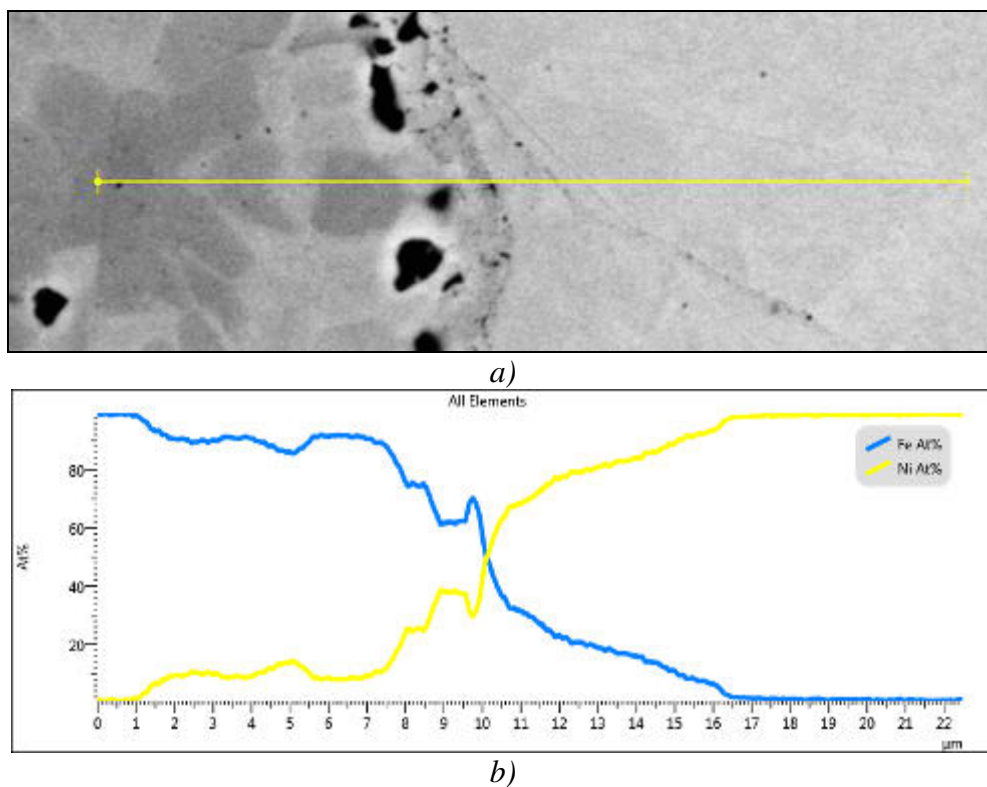
Morfologie lomové plochy se zcela změnila. Na snímcích je patrné velké množství lomových ploch mezi částicemi, jež se dokázaly spojit dohromady (*obr. 202*). Charakter lomu je smíšený. V některých místech dochází k oddělení železných částic od zbytku matrice a ke štěpnému lomu. Oblasti, které byly souvislé, se porušovaly tvárným způsobem, přičemž vznikla jemná jamková morfologie s velmi malými dutinkami. Železné částice dosahovaly mikrotvrdosti okolo 304 HV_{0,01} a měděné částice okolo 136 HV_{0,01}.



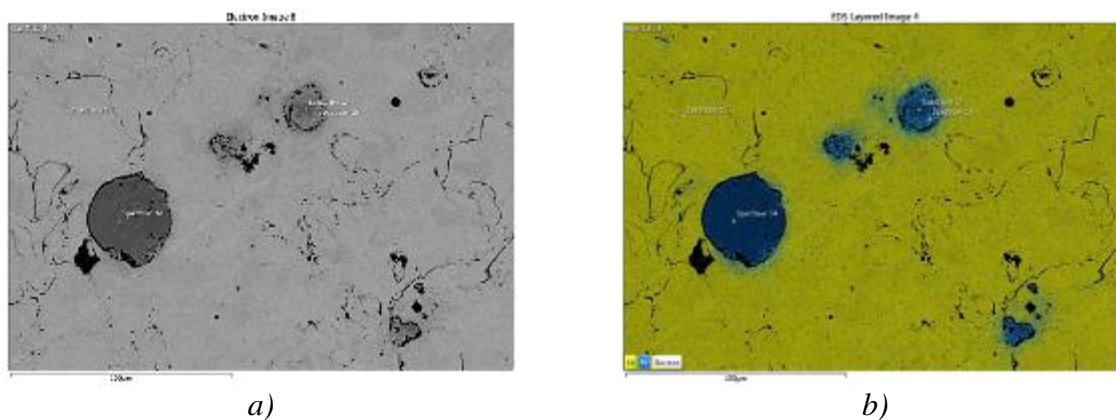
Obr. 198: Snímky mikrostruktury vzorku žíhaného na 700 °C, SM: a) 200×, b) 500× + polarizované světlo



Obr. 199: Snímek detailu mikrostruktury, REM: 2500×



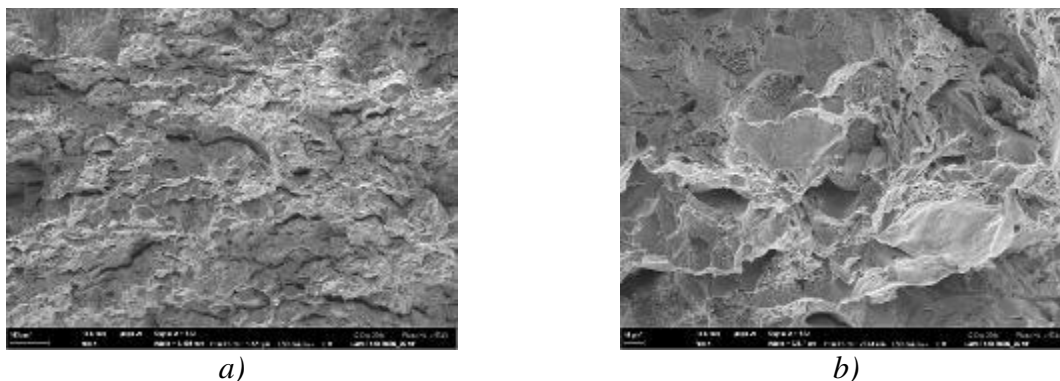
Obr. 200: Lineární analýza chemického složení: a) zobrazení analyzovaného místa, b) výsledný graf



Obr. 201: EDS mapping: a) zobrazení analyzované plochy, b) výsledek analýzy: Fe – modrá barva, Ni – žlutá barva

Tab. 28: Přehled prvků a jejich množství z provedené plošné analýzy

FeNi 700°C	
Prvek	At.%
Ni	94,7
Fe	5,3



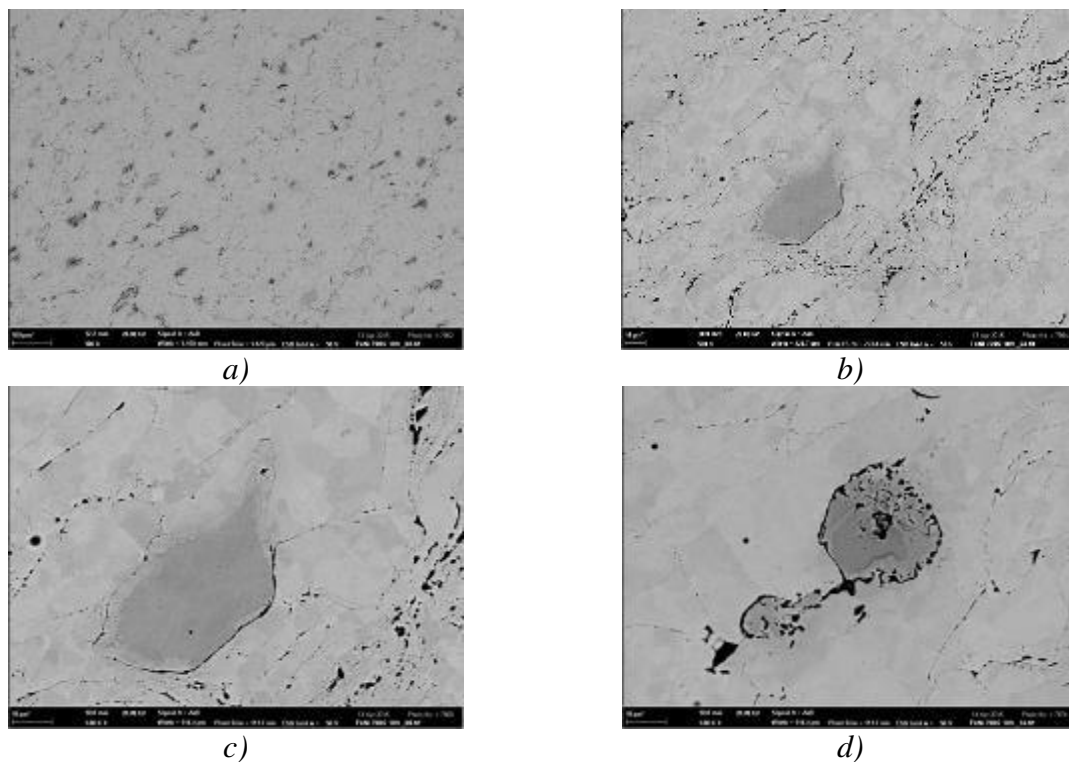
Obr. 202: Snímky lomové plochy tepelně zpracovaného nástřiku na 700 °C, REM: a) 100×, b) 500×

4.12.6 Vzorek žíhaný na teplotě 700 °C (10 hod.)

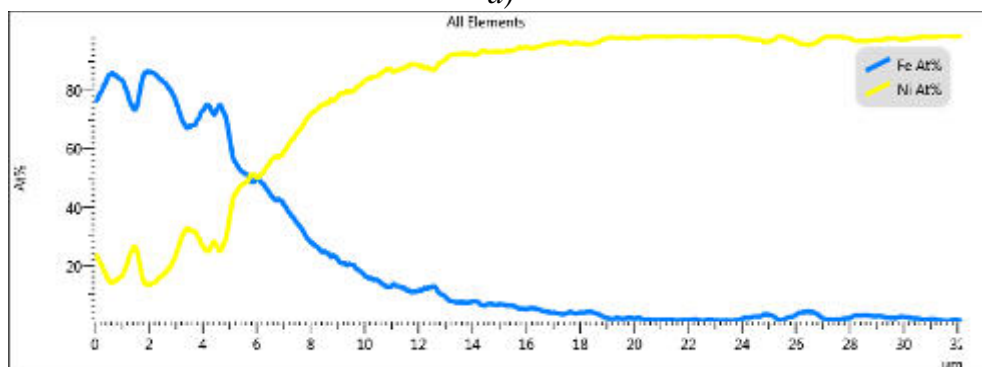
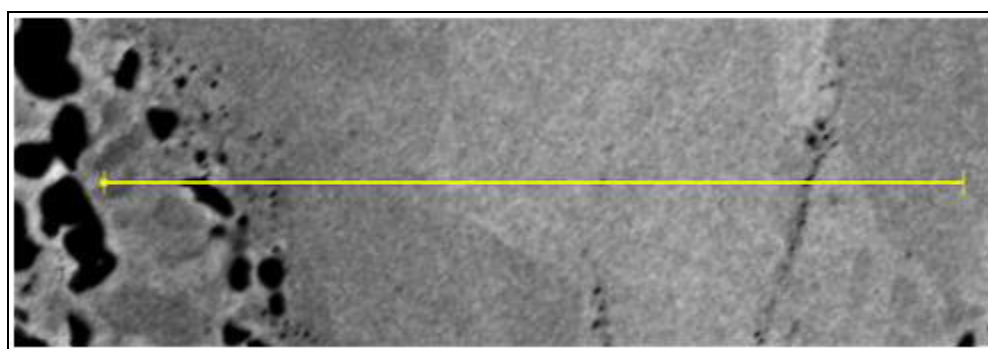
Struktura vzorku žíhaného na delší výdrž je na první pohled odlišná od tepelně nezpracovatelného vzorku (*obr. 203*). Je zde viditelná změna v celistvosti nástřiku. Došlo k zacelení téměř všech trhlin a mikrotrhlin. Zacelení tak obrovského počtu trhlin nebylo dosaženo žíháním nástřiku na stejné teplotě s nižší dobou výdrže (2 hodiny). S vyšší výdrží jsou železné částice mnohem více rozpuštěny do matrice nástřiku, což naznačuje, že došlo k difúzi v tuhém roztoku. Po ploše celého výbrusu jsou velmi malé póry, které jsou ve struktuře různě umístěny. Nacházejí se přednostně na hranicích mezi jednotlivými splaty, na hranicích železných a niklových částic a v oblastech, ve kterých již došlo k rozpuštění železných částic. Póry vyskytující se na hranicích niklových a železných částic a v oblasti železných částic jsou pravděpodobně způsobeny Kirkendallovou porezitou. Dále se v některých místech nástřiku vyskytují rozměrově větší póry. Ty ale nejsou ve struktuře obsaženy ve větším množství. Mikrostruktura vzorku je tvořena z niklových a z více či méně rozpuštěných železných částic. V nerozpuštěných částicích železa vznikly tuhé roztoky. Ve struktuře niklových částic jsou stále pozorovatelná růstová dvojčata.

Lineární analýza byla provedena na rozhraní železné částice s niklovými částicemi, viz *obr. 204*. Na tomto rozhraní jsou patrné póry, přičemž zde chemické složení není vyrovnané. Rozdíl mezi složením je až o 10 at.%. Postupným přechodem do niklových částic se chemické složení vyrovnává a s rostoucí vzdáleností od rozhraní dochází k nárůstu niklu a poklesu železa. Tento pokles je pozvolný a v této analyzované oblasti pravděpodobně vznikly fáze Fe + FeNi₃. V určité vzdálenosti od železné částice je struktura vzorku tvořena pouze niklovými částicemi. Atomy železa nemohly dále difundovat. Na *obr. 205* je zachycena plošná analýza. Analyzovaná oblast vzorku je tvořena z 95 at.% Ni a z 5 at.% Fe (*tab. 29*). Částice niklu mají žluté zabarvení a částice železa mají modré zabarvení. Další snímky ukazují plošnou analýzu na detailu mikrostruktury vzorku (*obr. 206*). Na výsledku této analýzy je viditelné, do jaké vzdálenosti difundovalo železo v niklových částicích a také to, v jakých místech docházelo k difúzi. Přednostní místa difúze byla po hranicích splatek a po površích dřívějších trhlin. Dle bodových analýz byly částice železa tvořeny z 92 at.% Fe a z 8 at.% Ni. Analyzovaný tuhý roztok pomocí bodové analýzy obsahoval 70 at.% Ni a 30 at.% Fe, což odpovídá přibližně fázím FeNi₃.

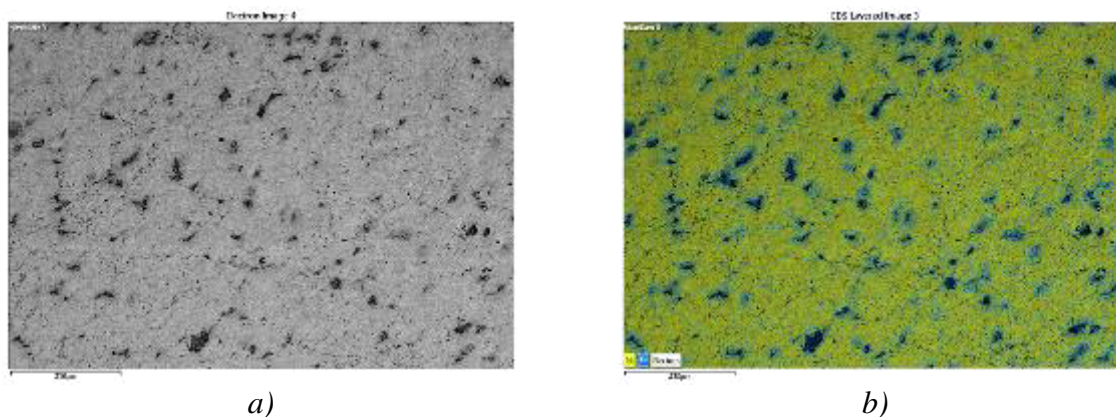
Lomová plocha vykazovala hlavně tvárné porušení, viz *obr. 207*. Niklové částice byly soudržné. Všechny částice zreagovaly, takže došlo ke spojení celého nástřiku. Nástřik byl oslaben v místech, v nichž se nacházely dutinky (póry). Nejmenší soudržnost byla v železných částicích a po hranicích splatek. Mikrostruktura vzorku dosahovala mikrotvrdosti okolo 165 HV0,01.



Obr. 203: Snímky mikrostruktury dlouhodobě žíhaného vzorku na 700 °C: a) 100×, b) 500×, c) i d) 1000×



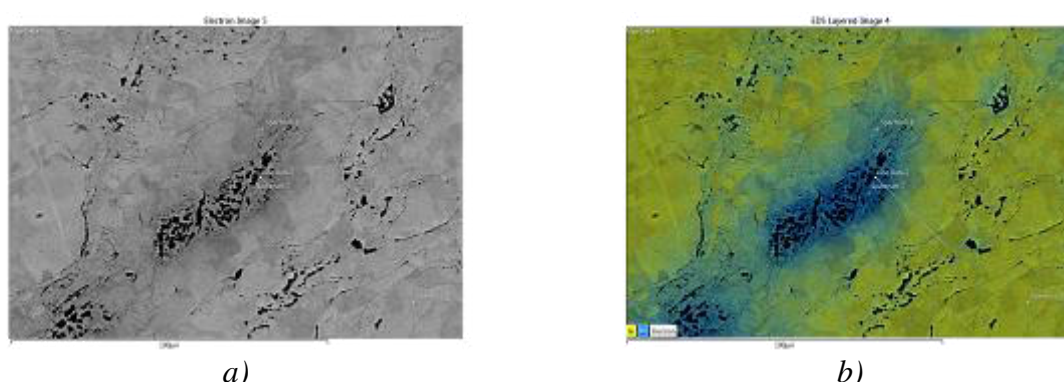
Obr. 204: Lineární analýza chemického složení: a) zobrazení analyzovaného místa, b) výsledný graf



a)

b)

Obr. 205: EDS mapping: a) zobrazení analyzované plochy, b) výsledek analýzy: Fe – modrá barva, Ni – žlutá barva



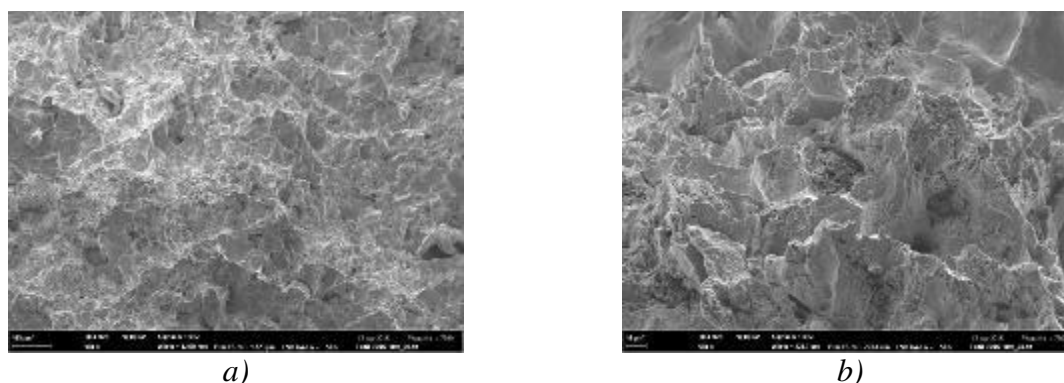
a)

b)

Obr. 206: EDS mapping detailu mikrostruktury: a) zobrazení analyzovaného detailu, b) výsledek analýzy: Fe – modrá barva, Ni – žlutá barva

Tab. 29: Přehled prvků a jejich množství z provedené plošné analýzy

FeNi 700°C (10 hod.)	
Prvek	At. %
Ni	95,0
Fe	5,0



a)

b)

Obr. 207: Snímky lomové plochy, REM: a) 100×, b) 500×

4.12.7 Shrnutí experimentů na vzorcích FeNi

Tepelně nezpracovaný nástrík vykazoval špatné depoziční vlastnosti. Samotný nástrík byl tvořen částicemi železa a niklu. Ve své struktuře měl vnesené obrovské množství trhlin a mikrotrhlin. Z tohoto důvodu se choval nesoudržně a při použití malé síly praskal a drolil se. Nicméně rozhraní substrát–nástrík vykazovalo dobře „zpracované“ částice. Plošná analýza odhalila, že je nástrík tvořen z 95,2 at.% Ni a z 4,8 at.% Fe. Tento fakt je v rozporu s tím, že počáteční směs těchto dvou prášků byla namíchána v poměru 60:40 at% Ni:Fe. Z těchto všech skutečností vyplývá, že byly během nanášení nástríku použity špatné parametry. Pro budoucí nanášení by se měly tyto parametry změnit a zlepšit. Vzorek se porušoval oddělováním železných částic od niklových a oddělováním niklových částic mezi splaty. Mikrotvrdot železných částic byla 809 HV 0,01 a niklových částic 349 HV 0,01.

První teplota žíhání byla 500 °C. Zásadní rozdíl oproti mikrostruktuře nezpracovaného vzorku spočíval v menším množství trhlin a mikrotrhlin. Ve struktuře se nacházely železné a niklové částice spolu s růstovými dvojčaty v niklových částicích. Podle analýz nedošlo k difúzi v měřitelném množství. Charakter lomu zůstal většinou zachován a místy docházelo ke štěpnému lomu a k oddělování železných částic od niklových. Mikrotvrdot výrazně poklesla, a to téměř o polovinu své původní hodnoty. Železné částice vykazovaly hodnoty mikrotvrdoti okolo 385 HV0,01 a niklové částice okolo 153 HV0,01.

Na teplotě 700 °C došlo k difúzi. V mikrostruktuře se nacházely fáze FeNi₃, železné a niklové částice. V niklových částicích byly pozorovatelné růstová dvojčata. Na rozhraní železných a niklových částic je patrná Kirkendallova porezita. Množství mikrotrhlin a trhlin bylo opět menší. Došlo ke změně lomu. Vzorek se nyní porušoval smíšeným lomem. Docházelo ke tvárnému porušení, štěpnému lomu a k oddělování železných částic od niklových. Mikrotvrdot opět poklesla.

S delší výdrží na teplotě 700 °C došlo k téměř úplnému zacelení mikrostruktury. V nástríku se již nenacházelo významné množství trhlin a mikrotrhlin. Struktura nástríku byla tvořena nerozpuštěnými zbytky železných částic, niklovými částicemi a tuhými roztoky. Těmito tuhými roztoky byla pravděpodobně fáze FeNi₃. I v tomto vzorku byla pozorovatelná růstová dvojčata. Mezi železnými částicemi a niklovými částicemi se nachází Kirkendallova porezita. Charakter lomu se i v tomto případě změnil. Celý vzorek se porušoval tvárným způsobem. Hodnota mikrotvrdoti byla naměřena pouze pro matrici okolo 165 HV0,01.

5 DISKUZE VÝSLEDKŮ

V této diplomové práci byly provedeny experimenty na třech binárních systémech kovových prášků. Tyto prášky byly pořízeny metodou cold spray, která není v praxi stále obvyklá. Jednotlivé diagramy se od sebe diametrálně lišily, takže byly získány různé odezvy nástřiků na žíhání. V současné době se uvažuje použití tepelně zpracovaných nástřiků (FeAl, FeCu a FeNi) pro katalytické účely.

Experimentální část byla v oblasti mechanických vlastností omezena pouze na měření mikrotvrdomosti. A to z důvodu malé velikosti vzorků. Samotné měření mohlo být ovlivněno velkou porezitou, nesoudržností, velikostmi jednotlivých částic (např. Fe v Cu) a hlavně i nutností použít nízké zatěžovací síly. Tyto nízké zatěžovací síly neumožňovaly získat dostatečně velký vtisk pro následné přesné změření. Dále se vzhledově hodnotila lomová plocha. Pro hodnocení vzniklých fází bylo použito rastrovacího elektronového mikroskopu pro pořízení bodových, plošných a lineárních analýz. Zpřesňující údaje o fázích přinesla fázová difrakční analýza rentgenovým zářením. Pro počáteční vyhodnocení mikrostruktury vzorků nástřiků bylo použito DSC analýzy.

5.1 FeAl

První systém byl FeAl. Celý diagram je charakterizován tím, že se v něm vyskytuje peritektická reakce, několik kongruentních rozpadů a jeden inkongruentní. Diagram FeAl je zajímavý množstvím intermetalických fází, které v něm existují. Některá intermetalika mají dokonce uspořádanou strukturu na dlouhou vzdálenost.

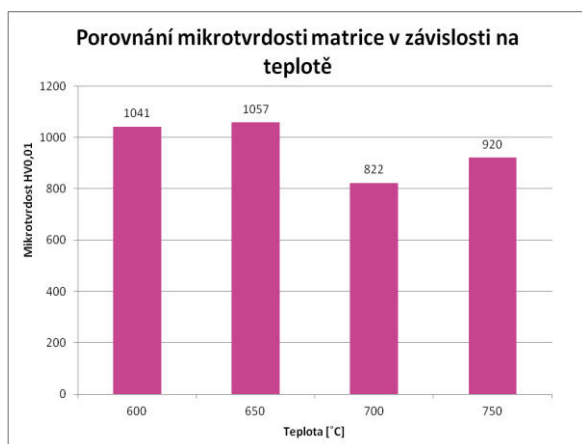
Tepelně nezpracovaný nástřik FeAl I byl nanesen z železného a hliníkového prášku, který byl původně smíchán v poměru Fe:Al 60:40 at.%. Do struktury nebyly vneseny žádné trhliny či mikrotrhliny a částice byly dobře spojeny. Na rozhraní substrát–nástřik měly částice dobrou přilnavost a byly dobře zapracovány do substrátu. Odstranění substrátu bylo proto náročné. Porezita byla malá. Při porušování docházelo k oddělování železných částic od hliníkových a k oddělování hliníkových částic mezi sploty.

Na teplotě 550 °C vznikly první intermetalické fáze. Tato intermetalika byla pravděpodobně fáze Fe₂Al₅. Při vyšších teplotách došlo ke vzniku lamelární struktury, tuhých roztoků a fáze vyloučené v podobě sítí. Pravděpodobně se jedná o fáze FeAl a FeAl₂. S narůstající teplotou do 600 °C, se množství pórů zvětšovalo. Na této teplotě byla porezita největší. Za vyšších teplot ale také vznikalo ve struktuře významné množství pórů, přičemž na teplotě 700 °C došlo k jejich poklesu a na vyšší teplotě opět k jejich nárůstu. Porezita žíhaných nástřiků může souviset s Kirkendallovou porezitou.

Mikrotvrdomost nanesených železných částic byla přibližně 703 HV0,01. Hliníkové částice dosahovaly mikrotvrdomosti okolo 63 HV0,01. Na teplotě 550 °C došlo k poklesu mikrotvrdomosti až o polovinu. Hliníkové částice měly na této teplotě 33 HV0,01 a železné částice měly okolo 316 HV0,01. Tepelně nezpracovaný nástřik je pravděpodobně deformačně zpevněn, neboť v průběhu nanášení dochází k silné deformaci částic. Tento pokles může souviset s rekrytalizačními pochody ve struktuře a se zotavením struktury, kdy dochází ke změnám distribuce dislokací a k vymizení elastických napětí.

Vzniklé intermetalické fáze vykazovaly na teplotě 550 °C velmi výraznou mikrotvrdomost, a to zhruba 1193 HV0,01. Mikrotvrdomost matrice vzorků na teplotách vyšších

než 650 °C měla kolísavou tendenci. Nejvyšší hodnota mikrotvrlosti byla dosažena na teplotě 650 °C (1057 HV0,01) a naopak nejnižší hodnota na teplotě 700 °C (822 HV0,01). Toto je přehledně znázorněno na obr. 208. Hodnoty mikrotvrlosti lamelární směsi se snižovala s narůstající teplotou, viz obr. 209.

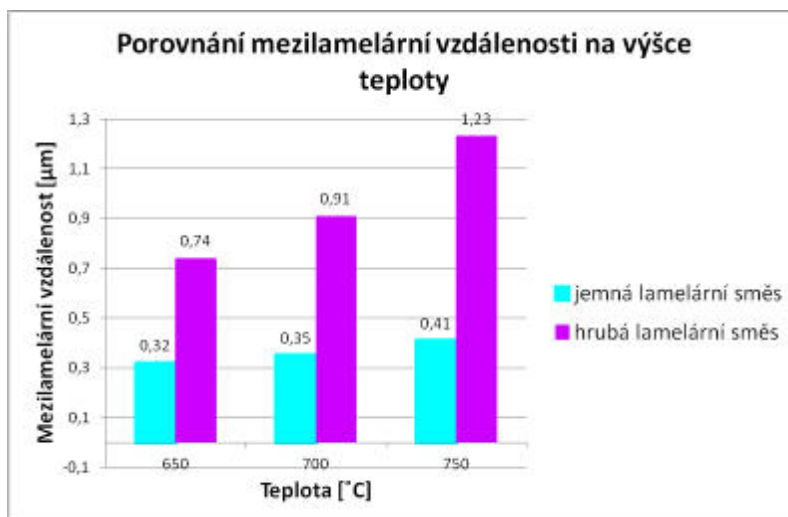


Obr. 208: Porovnání mikrotvrdotí matrice vzorků žíhaných na teploty vyšší jak 600 °C



Obr. 209: Porovnání mikrotvrdotí lamelárních směsí pro teploty vyšší než 650 °C

Z pořízených snímků byla spočítána mezilamelární vzdálenost u vzorků vystaveným vysokým teplotám. Vývoj mezilamelární vzdálenosti je zaznamenán na obr. 210. Platilo, že se zvýšením teploty dosahuje lamelární směs větší mezilamelární vzdálenosti. Nejmenější mezilamelární vzdálenost byla na 650 °C o hodnotě 0,32 μm. Největší hodnota mezilamelární vzdálenosti hrubé lamelární směsi byla 1,23 μm na teplotě 750 °C.

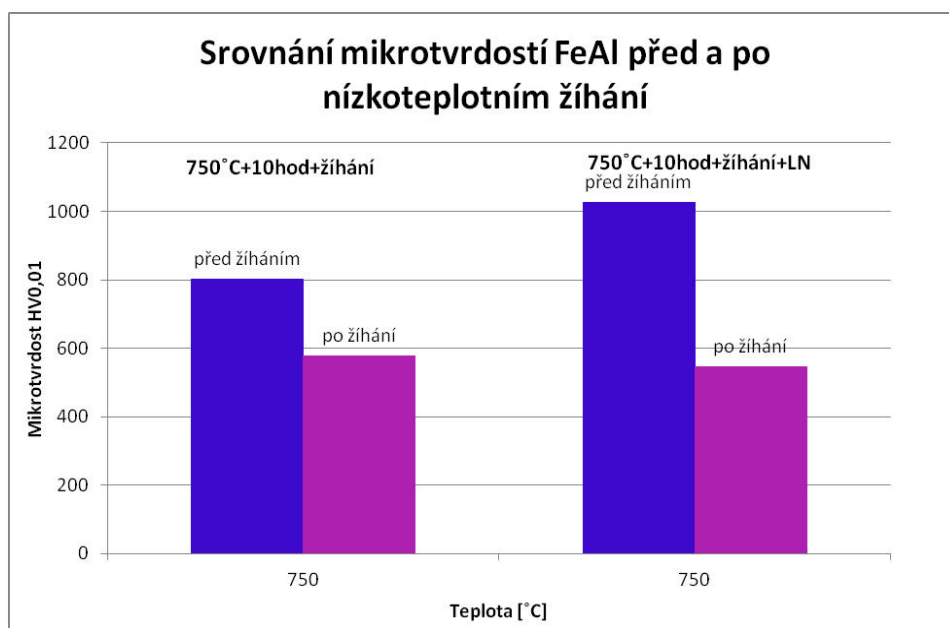


Obr. 210: Porovnání velikostí mezilamelárních vzdáleností v závislosti na teplotě žíhání

Poslední skupinou experimentů byly vzorky vystavené teplotě 750 °C s desetihodinovou výdrží. Jeden vzorek byl ochlazen do kapalného dusíku a druhý byl ponechán v peci pro pomalé dochlazení. Vzorek ochlazený do kapalného dusíku měl mikrotvrdot 1025 HV0,01, mezi nanesenými vrstvami nástřiku byla mikrotvrdot zhruba 984 HV0,01. Mikrostruktura tohoto vzorku byla značně heterogenní a jemná. Oblasti výskytu jednotlivých fází byly různě pomíchané. Rozmístění a velikost pórů byla velmi odlišná. Největší póry se vyskytovaly na okrajích vzorku a nejmenší uprostřed vzorku. Druhý vzorek, který byl pomalu dochlazen v peci, vykazoval nižší mikrotvrdot okolo 802 HV0,01 a mezi

nanesenými vrstvami nástřiku 543 HV_{0,01}. Mezi vrstvami nástřiku se nachází slabší místa vzorků a vždy v této části došlo ke snadnému rozlomení nástřiku. Mikrostruktura tohoto vzorku byla tvořena většími oblastmi jednotlivých fází. Rozdíly mezi hrubší a jemnější lamelární směsí nejsou výrazné. Oba vzorky se porušovaly štěpným lomem.

Jedna část z těchto vzorků byla dále podrobena tepelnému zpracování. Tentokrát to bylo na teplotě 400 °C s výdrží 106 hodin. Před nízkoteplotním žiháním měl pomalu ochlazený vzorek mikrotvrdot 802 HV_{0,01}. Po nízkoteplotním žihání dosáhl mikrotvrdoti okolo 577 HV_{0,01}. Vzorek ochlazený do kapalného dusíku vykazoval mikrotvrdot před žiháním okolo 1025 HV_{0,01} a po nízkoteplotním žihání 546 HV_{0,01}. Srovnání mikrotvrdotí vzorků FeAl před a po nízkoteplotním žihání je na *obr. 211*. Oba vzorky po nízkoteplotním žihání vykazovaly menší tvrdost.

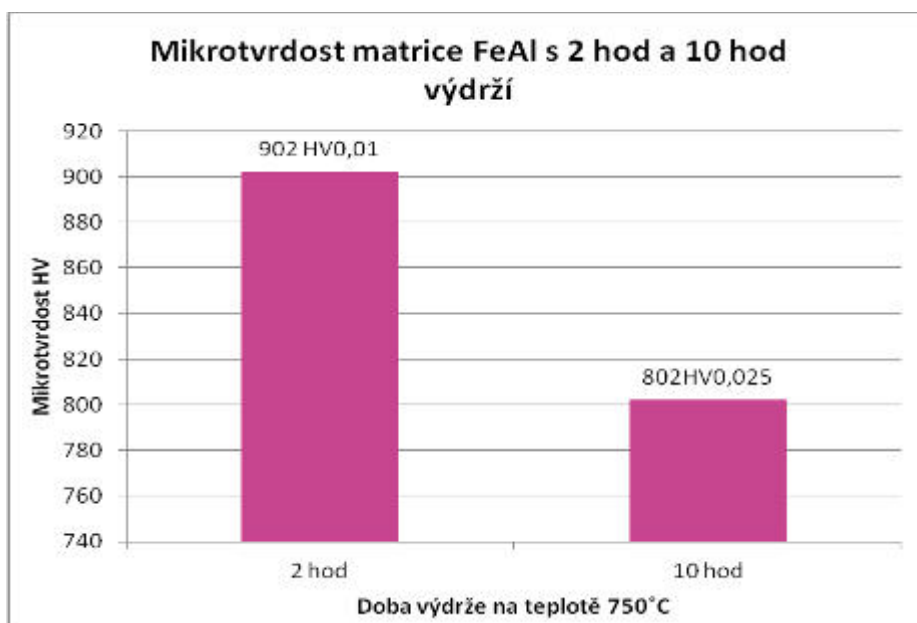


Obr. 211: Porovnání mikrotvrdotí FeAl před a po nízkoteplotním žihání

Podobným způsobem byly dále zpracovány dva vzorky z nástřiku FeAl II. Oba vzorky byly ohřáté na teplotu 750 °C po dobu 10 hodin. Vzorek ochlazený do kapalného dusíku dosahoval o něco větší hodnoty mikrotvrdoti (1033 HV_{0,01}) než vzorek ochlazený pomalu (1025 HV_{0,025}). Oba vzorky vykazovaly podle očekávání vysokou poréznost. Ve vzorku ochlazeném kapalným dusíkem bylo rozmístění pórů velmi nerovnoměrné. Na jeho okrajích se nacházely největší a nejdelší póry, uprostřed vzorku měly zase póry menší velikost a celkově rozdělovaly strukturu na velmi malé oblasti. Tyto oblasti na sebe navazovaly velmi málo. Strukturou tohoto vzorku byla jemnější lamelární směs a zachovala si oproti pomalu ochlazenému vzorku značnou heterogenitu ve vzniklých fázích. Póry se vyskytovaly po celé ploše vzorku, jenž byl pomalu ochlazený, víceméně rovnoměrně. Mikrostruktury pomalu ochlazeného vzorku byla méně heterogenní oproti vzorku ochlazeného do kapalného dusíku. V těchto vzorcích vznikají hlavně tuhé roztoky a fáze vyloučené v podobě síťoví. Lamelární struktura zde vznikla v minimálním množství.

Ve všech zpracovaných vzorcích se vyskytovaly krystaly fáze Al_2O_3 . Na plochách výbrusu tvořily jehlicovité útvary. Pomocí rastrovacího elektronového mikroskopu se podařilo zdokumentovat tyto částice a měly podobu hexagonů. Tato fáze mohla být vytvořena vnesením kyslíku do nástřiku s jeho pozdější reakcí s hliníkem. Kyslík se do styku s materiálem nástřiku mohl dostat více způsoby. Prvotní způsob kontaminace kyslíku mohl nastat během nanášení nástřiku a druhý při samotném tepelném zpracování, který mohl být způsoben nedokonalou těsností aparatury přivádějící argon do pece.

Porovnájí-li se hodnoty mikrotvrdomosti matrice vzorků, jež byly podrobeny na stejné teplotě žíhání (750°C) různým dobám výdrže, lze si povšimnout, že s vyšší teplotou výdrže dochází k získání nižších hodnot mikrotvrdomosti.



Obr. 212: Porovnání mikrotvrdomostí vzorků s délkou výdrže 2 hodiny a 10 hodin

Lomová plocha tepelně nezpracovaného nástřiku se porušovala oddělováním částic železa od hliníkových částic a oddělováním částic hliníku mezi jednotlivými sploty. S nárůstem teploty docházelo k vymizení oddělování částic železa od hliníkových. Postupně začal u vzorků žíhaných na vysokých teplotách převládat štěpný lom.

5.2 FeCu

Dalším studovaným systémem byl systém FeCu. V tomto systému dochází k peritektické a eutektoidní reakci. Zvláštností tohoto systému kovových složek je vysoká směšovací entalpie, jež dosahuje vysokých hodnot. Udává se, že hodnota entalpie činí $\Delta H = +13000$ J/mol pro složení Fe:Cu = 50:50 at.%, [38]. Tyto dva kovy jsou v sobě za nízkých teplot prakticky nemísitelné. Tvorba takového systému nese s sebou potíže, které nebyly dosud překonány. Nicméně, tyto slitiny tvoří svými vlastnosti žádoucí skupinu materiálů.

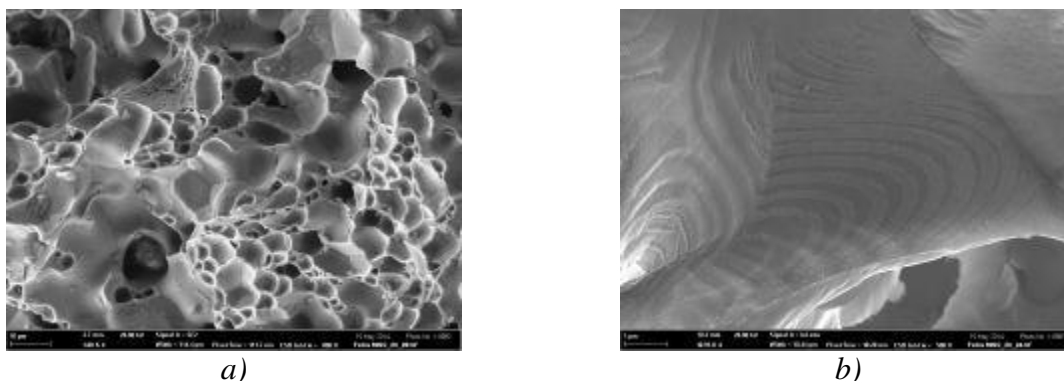
Nástřík měl být připraven v poměru Fe:Cu 50:50 at.%. Z plošné analýzy, ale vyplynulo, že je tvořen 90,3 at.% Cu a 9,7 at.% Fe. Struktura nástříku byla tvořena z měděné matrice a z částic železa, které byly v ní náhodně rozmístěny.

Při žhání na teplotě 700 °C nenastala mezi částicemi železa a mědi žádná interakce. U nástříku došlo ke zvětšení množství pórů. Ve struktuře v měděných částicích byla zachycena růstová dvojčata. Na teplotě 900 °C proběhla difúze atomů. Měděné částice byly obohaceny zhruba o 3 at.% Fe a železné částice o přibližně 4 at.% Cu. Struktura byla tvořena měděnými, železnými částicemi, precipitáty a póry. Došlo k dalšímu nárůstu porezity. Jedny precipitáty byly vytvořeny uvnitř měděných částic železnými atomy. A druhé precipitáty vznikly v železných částicích, kde precipitovala sekundární měď. V měděných částicích byla viditelná růstová dvojčata ve větším množství. S každým dalším nárůstem teploty (1000 °C, 1100 °C) byla mikrostruktura tvořena železnými částicemi, měděnými částicemi a precipitáty. Čím vyšší byla dosažená teplota žhání, tím více hrubly precipitáty. Porezita, která vznikla na rozhraní železných a měděných částic a v částicích železa zřejmě souvisí s Kirkendallovou porezitou. V mikrostruktuře, která byla podrobena vysokým teplotám a nebyla zcela přetavena (1000 °C + 2 hod; 1000 °C + 10 hod + 800 °C + 2hod), byly patrná růstová dvojčata. Porezita ve vzorcích narůstala s vyšší teplotou. Ve struktuře vzorků, které byly podrobena dlouhodobým výdržím a nejvyšším teplotám, vznikaly okolo železných částic oblasti, v nichž se nenacházely žádné precipitáty. V těchto oblastech došlo patrně k tomu, že se atomy železa připojily buď k železné částici, okolo které tato oblast vznikla, anebo k železným precipitátům v měděných částicích. Pokud by došlo k lokálnímu natavení těchto částic, bylo by možné v takovém případě považovat tyto oblasti bez precipitátů jako následek peritektické reakce. V částicích železa vzorku žíhaného na 1100 °C došlo navíc ke vzniku téměř sférických oblastí mědi. Stejně mikrostruktury, jakých bylo v této práci dosaženo, uvádějí například práce [86] a [87].

Tepelně nezpracovaný vzorek se porušil oddělením železných částic od měděných a oddělením měděných částic mezi sploty. S nárůstem teploty se charakter lomu změnil. Již na teplotě 700 °C se vzorek porušoval tvárným způsobem. Lom měl jamkovitou morfologii. Způsob porušování zůstal zachován i pro další teploty (900 °C a 1000 °C). U dlouhodobě žíhaného vzorku (10 hodin) na teplotě 1000 °C byl způsob lomu také tvárný. Velká porezita se zde projevila negativně a to tak, že tvárný lom nastal jenom v některých místech. Stejná situace nastala i u vzorku žíhaného na 1000 °C po dobu deseti hodin a 800 °C (2 hod.).

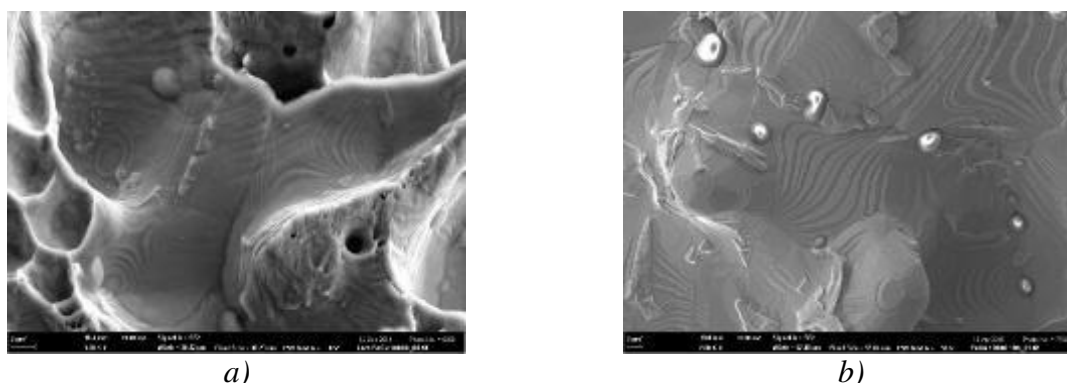
Velmi zajímavým jevem, který vznikl, byly pásy kuliček pozorované v dutinách materiálu na lomu (viz *obr. 213*). Tyto pásy se pravidelně střídaly s matricí vzorku a je možné, že sledují určité krystalografické roviny. Vznikly ve vzorku žíhaného na 900 °C. Velikost pásů částic je od 150 μm. Dosud se bohužel nepodařilo zjistit, jakým způsobem a proč vznikaly. Jedním možným důvodem může být precipitace, ke které došlo v určitých

krystalografických směrech dvojčat. Jinou možností může být kombinace selektivního vypařování spolu s dislokacemi. Pokud by se dislokace dostaly na povrch pórů díky tomu, že by došlo k jejich pohybu během rekrystalizace, vytvořily by na povrchu póru reliéf. Tento reliéf by mohl sloužit jako místo, které je snadnější pro uchycení cizích částic. Cizí částice by mohly vzniknout reakcí selektivně se odpařujícího prvku s kyslíkem, jelikož nelze zaručit stoprocentní těsnost pece během experimentu. Podle snímků jsou na površích pórů přítomny například pásy kuliček, které tvoří kruhy. Ty by mohly vzniknout tedy tak, že by se na povrch póru dostala skupina prizmatických smyček. Na ní by následně došlo k uchycení oxidů.



Obr. 213: Snímky lomové plochy FeCu 900 °C, REM: a) 1000×, b) 11 000×

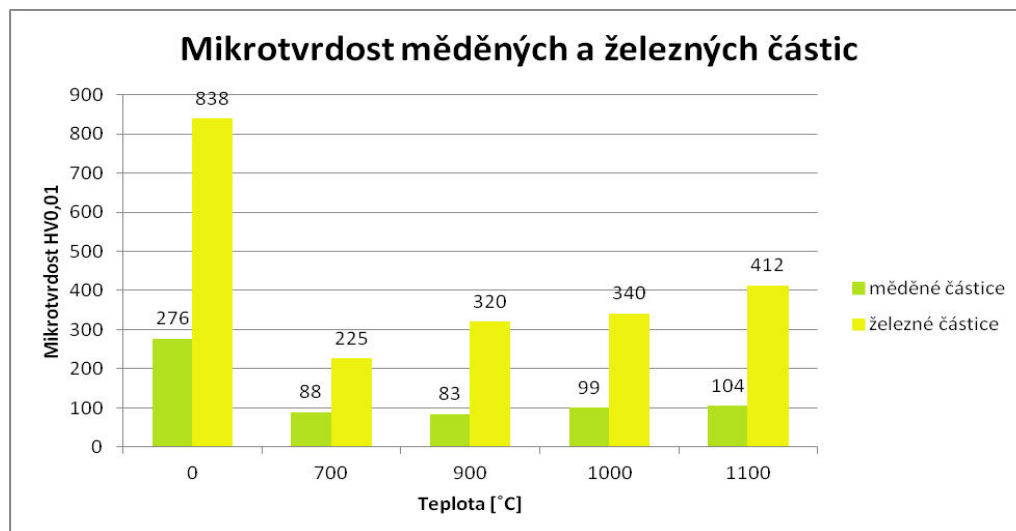
Na teplotách 900 °C, 1000 °C s výdrží 2 hodin a 10 hodin jsou na lomových plochách v pórech patrné krystalizační stupně. Tyto krystalizační stupně vznikly v důsledku silně přesyceného systému Fe–Cu. Snímky jednotlivých příkladů jsou na **Chyba! Nenalezen zdroj odkazů..**



Obr. 214: Snímky z REM dokumentující krystalizační stupně vzorků FeCu pro teplotu žhání:
a) 1000 °C + 2 hod., 3000×; b) 1000 °C + 10 hod., 2000×

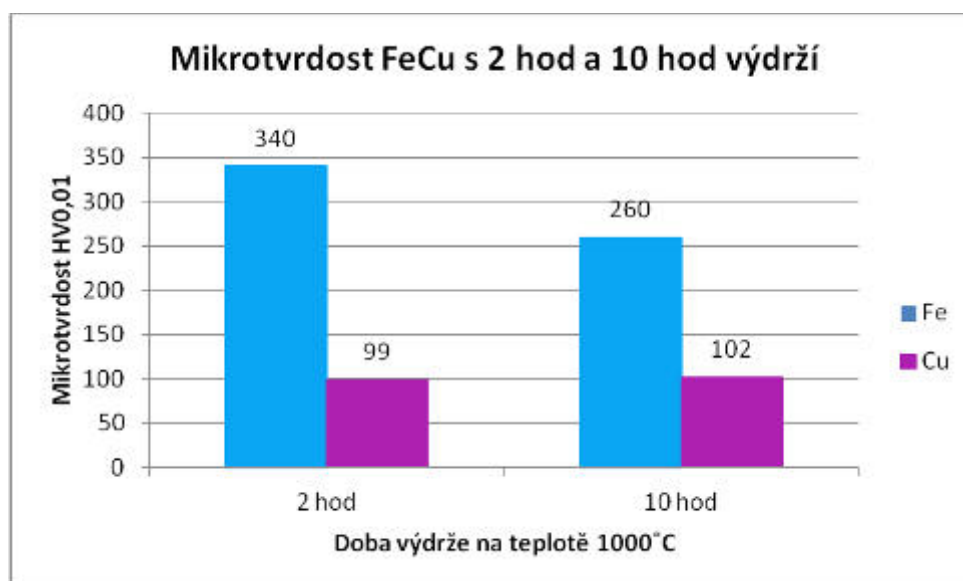
Přímo nanesené částice železa dosahovaly hodnot mikrotvrdosti přibližně 838 HV_{0,01} a částice mědi okolo 276 HV_{0,01}. Na teplotě 700 °C pro oboje částice došlo k významnému poklesu mikrotvrdosti a to o více jak polovinu jejich původní hodnoty. Železné částice dosahovaly 225 HV_{0,01} a měděné částice 88 HV_{0,01}. Toto mohlo být způsobeno rekrystalizací nástřiku, kdy došlo k zotavení dislokační struktury. Částice byly před žháním během jejich nanášení deformačně zpevněny díky rozsáhlé plastické deformaci. Při zvýšení žhací teploty na 900 °C, došlo k dalšímu nepatrnému snížení hodnot mikrotvrdosti měděných částic (83 HV_{0,01}). Železné částice vykazovaly již při této teplotě zvýšenou mikrotvrdost (320 HV_{0,01}). Ve vzorku začala probíhat v malém množství difúze. Při dalším nárůstu

teploty se hodnoty mikrotvrdosti pro železné i měděné částice zvyšovaly. Pro nejvyšší dosaženou teplotu, činily hodnoty mikrotvrdosti pro železné částice zhruba okolo 412 HV0,01 a pro měděné částice přibližně 104 HV0,01. Zvýšení hodnot mikrotvrdosti železných a měděných částic mohly souviset s tvorbou precipitátů. Porovnání hodnot mikrotvrdosti a žíhacích teplot je znázorněno na *obr. 215*.



Obr. 215: Mikrotvrdost měděných a železných částic v závislosti na teplotě žíhání

Pro porovnání mikrotvrdosti částic železa a mědi, je na *obr. 216* znázorněn graf. Vzorek s desetihodinovou výdrží vykazuje menší hodnoty mikrotvrdosti železa než vzorek s dobou výdrže okolo 2 hodin. Hodnoty mikrotvrdosti pro částice mědi jsou v podstatě srovnatelné. Z těchto výsledků vyplývá, že mikrotvrdost železných částic je závislá na velikosti měděných precipitátů. Při srovnání mikrostruktur těchto dvou vzorků vyplývá, že jemnější precipitáty jsou vyloučeny ve vzorku s kratší dobou výdrže. Opačná situace zřejmě panuje u částic mědi. Výsledky naznačují, že na hodnoty mikrotvrdosti měděných částic hrubší precipitáty nemají zásadní vliv.



Obr. 216: Hodnoty mikrotvrdosti částic železa a mědi pro různé doby výdrže

5.3 FeNi

Posledním systémem, jenž byl zkoumán v této práci, byl systém FeNi. Při prvním pohledu na binární rovnovážný diagram, asi každého zaujme existence tuhého roztoku (FeNi)_γ přes celé koncentrační rozmezí. Slitiny v závislosti na obsahu niklu a na výšce teploty prodělávají změnu magnetických vlastností. Bohužel školní zařízení nedovolovalo dosáhnout teploty tavení binárního nástřiku (okolo 1450 °C), takže všechny reakce probíhaly v tuhém stavu. Za vysokých teplot dále prodělává FeNi peritektickou reakci a za nízkých teplot eutektoidní reakci. V diagramu se nachází jeden kongruentní rozpad.

Tento nástřik se vymykal všem ostatním nástřikům, které byly zpracovávány v této práci, neboť měl po celé ploše obrovské množství trhlin a mikrotrhlin. Z tohoto důvodu vykazoval špatnou soudržnost a celistvost. Nicméně částice byly dobře zapracovány do substrátu. Tento fakt, ale bohužel nemá vliv na funkci nástřiku, pokud nedrží pohromadě. Tepelně nezpracovaný nástřik byl vytvořen dle plošné analýzy z 95,2 at.% Ni a z 4,8 at.% Fe. Nicméně původní složení, v němž byly prášky niklu a železa smíchány, bylo v poměru Ni:Fe 60:40 at.%. Nesoudržnost nástřiku, špatný poměr nanesených prášků a trhliny byly zapříčiněny nevhodně zvolenými parametry během nanášení. Je potřeba pro další nanášení těchto dvou prášků doladit parametry, případně najít vhodné, a to takové, u kterých by již nedocházelo k těmto problémům. Během lomu se vzorek porušil oddělováním částic železa od niklových částic a oddělováním niklových částic mezi splaty.

Při pozorování vývoje mikrostruktury vzorků ohřátých na různě vysoké teploty docházelo k „zacelování“ trhlin. Nástřik se postupně s narůstající teplotou a dobou výdrže stával více soudržný. První zacelování trhlin probíhalo již na teplotě 500 °C. Na této teplotě ovšem nebyla měřitelná velikost difúze. Mikrostruktura byla tvořena niklovými a železnými částicemi. Na teplotě 700 °C se částice železa postupně rozpouštěly do částic niklu a struktura niklových částic byla čím dál víc obohacena železem. V mikrostruktuře pravděpodobně vznikly tuhé roztoky fáze FeNi_3 , jež obsahovaly různé množství železa. Rozpouštění probíhalo difúzí, přičemž na místech železných částic a na rozhraní železných a niklových částic vznikaly póry. Tyto póry souvisí s Kirkendallovou porezitou. Mimo železné částice se póry vyskytovaly také po hranicích splatů. V niklových částicích byly pozorovatelná růstová dvojčata. Na stejné teplotě (700 °C) a s větší dobou výdrže, jež činila 10 hodin, došlo v mikrostruktuře vzorku k zacelení téměř všech trhlin a mikrotrhlin. I zde byla pozorovatelná růstová dvojčata. Mikrostruktura byla tvořena niklovými částicemi, zbytky nerozpuštěných částic železa a nově vzniklými tuhými roztoky. Tyto tuhé roztoky jsou pravděpodobně fáze FeNi_3 , která obsahovala různé množství železa. Růstová dvojčata ve struktuře poukazují na to, že pravděpodobně proběhla rekrytalizace nástřiku.

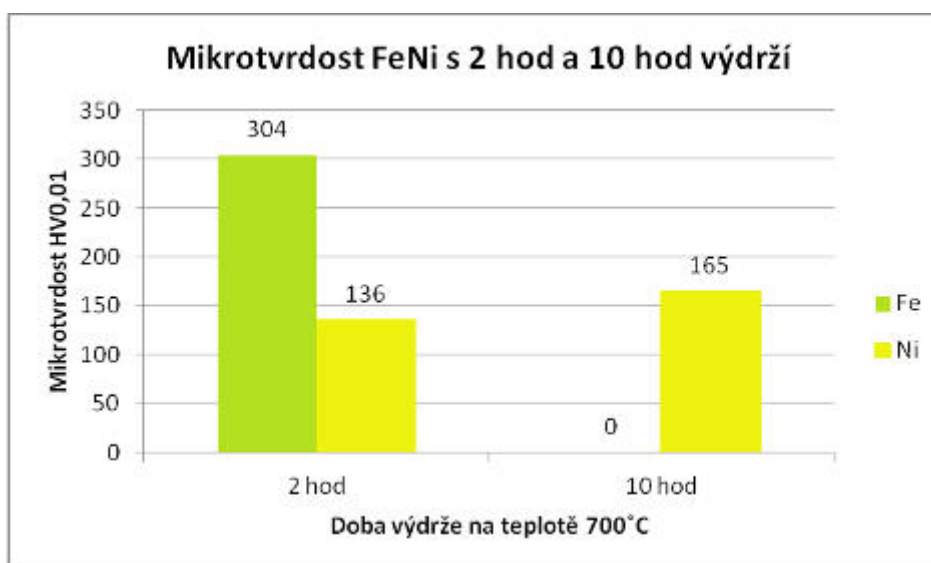
Lom vzorku žíhaného na 500 °C zůstal oproti tepelně nezpracovanému vzorku téměř nezměněn a porušoval se oddělováním železných částic od niklových. Na určitých místech se porušoval štěpným lomem. Pro nástřik žíhaný na 700 °C se ale charakter lomu změnil. Porušení nástřiku probíhalo smíšeným lomem. Během porušení docházelo k oddělování železných částic od niklových částic, k místy štěpnému lomu, a také v niklových částicích k tvárnému porušení. Póry vzniklé na hranicích splatů působily během porušování vzorku jako slabá místa, která napomáhala, aby lom proběhl. Se zvýšením doby výdrže (10 hod) opět nastala změna v charakteru lomu. Lom se uskutečnil tvárným způsobem.

Mikrotvrдость u tepelně nezpracovaného nástřiku byla pro železné částice 809 HV_{0,01} a pro niklové 349 HV_{0,01}. Postupně s nárůstem teploty docházelo k poklesu mikrotvrđosti jak pro železné, tak i pro niklové částice. První pokles na teplotě 500 °C byl zhruba o poloviční hodnotu mikrotvrđosti nanesených částic. Železné částice tedy měly 385 HV_{0,01} a niklové částice přibližně 153 HV_{0,01}. Na teplotě 700 °C dosahovaly železné částice 304 HV_{0,01}, niklové částice 136 HV_{0,01}. Tyto hodnoty jsou zaneseny v jednoduchém grafu na *obr. 217*. Pokles mikrotvrđosti může souviset s již zmíněnou rekrytalizací nástřiku, kdy pravděpodobně docházelo k zotavení dislokační struktury. Původní vysoká tvrdost částic niklu a železa byla dosažena deformačním zpevněním, jež bylo vyvoláno vysokou plastickou deformací jednotlivých částic během nanášení.



Obr. 217: Porovnání mikrotvrđostí železných a niklových částic v závislosti na teplotě žihání

Hodnoty mikrotvrđosti u vzorku s delší výdrží (10 hod.) byly pro nerozpuštěné zbytky železných částic neměřitelné. Tyto zbylé železné částice byly velmi porézní a zabíraly malou plochu, která nebyla postačující pro dostatečně velký vtisk. Pro porovnání hodnot mikrotvrđostí je tedy dána pouze hodnota mikrotvrđosti matrice vzorku (částice niklu s rozpuštěným železem), která dosahovala hodnoty 165 HV_{0,01}, viz *obr. 218*.



Obr. 218: Porovnání vlivu doby výdrže na mikrotvrđost nástřiku FeNi

6 ZÁVĚR

Cold spray metoda je novým možným způsobem při přípravě těchto materiálů. Připravit aluminidy železa lze různými způsoby. Jedním z nich může tedy právě být i cold spray s následným tepelným zpracováním (reaktivní syntézou). Nástřík Fe–Cu byl nanesen bez vnesených trhlin a při určitém tepelném zpracování nemusí docházet k jejich vzniku. V současných metodách je často vneseno do struktury nástříku množství trhlin. Zajímavým způsobem může být i systém Fe–Ni, kde by bylo potřeba sladit téměř všechny parametry nanášení. Navzdory tomu, že bylo do struktury samotnou přípravou vneseno velké množství trhlin a mikrotrhlin, mikrostruktura nástříku během tepelného zpracování se zacelila a vymizely téměř všechny trhliny. Tento pochod zřejmě souvisel se zotavením struktury.

Tepelně nezpracované nástříky Fe–Cu by mohly sloužit jako povlaky chránící slitiny železa či mědi před abrazí. Pro tento záměr je nutné tyto nástříky podrobit zkouškám, jež by zjistily jejich abrazní odolnost. Jejich vlastnosti jsou v nežíhaném stavu dosaženy deformačním zpevněním, kterého dosahují jednotlivé částice mědi a železa. Nástřík FeCu by mohl ale také sloužit po tepelném zpracování k ochraně povrchů slitin.

Tepelným zpracováním je možné připravit kovové pěny, které mohou vykazovat zajímavé vlastnosti díky tomu, že se např. u Fe–Al vytváří velmi tvrdé intermetalika. Díky vysokému množství pórů jsou vhodné pro aplikace, v nichž by se mohlo využívat reaktivnosti povrchu pro katalytické účely. V tomto případě je nejzajímavější mikrostruktura vzorku žíhaného na teplotě 600 °C, jelikož dosahuje největšího množství pórů. Pro jinou aplikaci, kde by byly důležité tvrdosti jednotlivých intermetalik, je zajímavá teplota 650 °C, neboť právě na této teplotě dochází ke vzniku nejjemnější lamelární struktury při zachování vysoké tvrdosti.

Další možnost jejich aplikace spočívá v infiltraci kovových pěn. Tato infiltrace by mohla proběhnout nízkotavitelným kovem anebo nějakým polymerem. Pokud by se dařilo ve větším množství vytvořit ve struktuře nástříku Fe–Ni magnetické fáze, šel by tento způsob výroby použít pro výrobu magnetických materiálů anebo alespoň na povrchovou úpravu slitin, kde by bylo žádoucí, aby alespoň jejich povrch byl feromagnetický.

Práce představuje široký soubor výsledků a vzhledem k tomu, že se změřilo velké množství různě zpracovaných materiálů, slouží tato práce jako základní výzkum. Případné další aplikace těchto materiálů nebyly předmětem této práce a je nutné materiály podrobit dalším zkouškám.

7 SEZNAM POUŽITÝCH ZDROJŮ

- [1] SAUTHOFF, Gerhard. *Intermetallics*. Weinheim: VCH Verlagsgesellschaft, 1995, 165 s. ISBN 3-527-29320-5.
- [2] SAUTHOFF, Gerhard. Chapter 7: INTERMETALLICS: CHARACTERISTICS, PROBLEMS AND PROSPECTS. *Basics of thermodynamics and phase transitions in complex intermetallics: Series on Complex Metallic Alloys; Volume 1*. Esther Be lin-Ferré. USA: World Scientific Publishing Co. Pte. Ltd., 2008, s. 147-188. ISBN 13 978-981-279-058-3.
- [3] LIU, W., A. GEMPERLE, V. PADAIR a E. NEMBACH. 1998. TEM investigation of non-crystallographic displacements near antiphase domain boundaries in D03 ordered Fe₃Al. *Acta Materialia* [online]. **46**(17) [cit. 2015-05-13]. DOI: [http://dx.doi.org/10.1016/S1359-6454\(98\)00264-X](http://dx.doi.org/10.1016/S1359-6454(98)00264-X). Dostupné z: <http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S135964549800264X>
- [4] RONG, T. S., M. AINDOW a I. P. JONES. 2001. The interaction between extended dislocations and antiphase domain boundaries — I: superpartial separation and the yield stress. *Intermetallics* [online]. **9**(6) [cit. 2015-05-13]. DOI: [http://dx.doi.org/10.1016/S0966-9795\(01\)00031-0](http://dx.doi.org/10.1016/S0966-9795(01)00031-0). Dostupné z: <http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0966979501000310>
- [5] STOLOFF, N. S. a V. K. SIKKA. *Physical Metallurgy and processing of Intermetallic Compounds*. New York: Chapman & Hall, 1996. ISBN 0-412-9897-9.
- [6] MICHNA, Štefan et al. *Encyklopedie hliníku*. Děčín: Alcan Děčín Extrusions, 2005, 700 s. ISBN 80-89041-88-4.
- [7] PÍŠEK, František et al. *Nauka o materiálu*. 2., rozš. a zcela přeprac. vyd. Praha: Academia, 1966, 632 s.
- [8] PTÁČEK, Luděk. *Nauka o materiálu*. I. 2. opr. a rozš. vyd. Brno: CERM, 2003, 516 s. ISBN 80-7204-283-1.
- [9] PÍŠEK, František, Ladislav JENÍČEK a Přemysl RYŠ. *Nauka o materiálu I: nauka o kovech*. 2. rozš. a přeprac. vyd. Praha: Academia, 1966, 632 s.
- [10] PÍŠEK, František. *Nauka o materiálu*. I, *Nauka o kovech*. svazek 4, *Železo a jeho slitiny*. 2. zcela přeprac. a rozš. vyd. Praha: Academia, 1975, 542 s.
- [11] NUNES, Rafael et al. *ASM Handbook, Volume 2: Properties and selection: Nonferrous Alloys and Special-Purpose Materials*. 10th Edition. USA: ASM International Ohio, 1990, 3470 s. ISBN 0-87170-378-5 (v. 2)
- [12] ASKELAND, Donald R a Pradeep P PHULÉ. *Science and engineering of materials*. 4th ed. Pacific Grove: Books/Cole-Thomson Learning, 2003, xxviii, 1003 s. ISBN 0534953735.

- [13] CALLISTER, William D. *Materials science and engineering: an introduction*. 6th ed. New York: John Wiley and Sons, Inc., 2003, 820 s. ISBN 0-471-22471-5.
- [14] PTÁČEK, Luděk et al. *Nauka o materiálu*. 2. opr. a rozš. vyd. Brno: CERM, 2002, 392 s. ISBN 80-7204-248-32.
- [15] BHADESHIA, H a R HONEYCOMBE. *Steels: microstructure and properties*. 3rd ed. Oxford: Butterworth-Heinemann, 2006, xi, 344 s. ISBN 0-7506-8084-9.
- [16] TOTTEN, G.E. and MACKENZIE, D.S. *Handbook of Aluminium, Volume 1: Physical Metallurgy and Processes*. New York: Marcel Dekker, Inc., 2003. 1236 s. ISBN 0-8247-0494-0.
- [17] HRUBÝ V., J. TULKA: *Koroze a ochrana materiálů*. VA Brno, Brno 1998.
- [18] CAHN, R. W. (Robert W.). *Materials science and technology: a comprehensive treatment. Volume 8, structure and properties of nonferrous alloys*. 1. Aufl. Weinheim: VCH, 1996, 837 s. ISBN 3-527-26821-9.
- [19] STOLOFF, N.S. Iron aluminides: present status and future prospects. *Materials Science and Engineering: A*, 1998, roč. 258, 1–2, s. 14. ISSN 0921-5093.
DOI: 10.1016/S0921-5093(98)00909-5.
Dostupné z: <http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0921509398009095>
- [20] KUCHAR, Lumír a Jaromír DRÁPALA. *Binární systémy hliník - příměs a jejich význam pro metalurgii*. Děčín: Delta Print, 2003, 218 s. ISBN 80-239-1469-3.
- [21] LAPIN, J., D. TIBERGHIEEN a F. DELANNAY. On the parameters affecting the formation of iron aluminides during pressure-assisted infiltration of aluminium into a preform of steel fibres. *Intermetallics*. 2000, roč. 8, č. 12, s. 1429-1438.
DOI: 10.1016/S0966-9795(00)00102-3, ISSN 0966-9795.
Dostupné z: <http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0966979500001023>
- [22] WANG, Hong-Tao, Chang-Jiu LI, Guan-Jun YANG a Cheng-Xing LI. Cold spraying of Fe/Al powder mixture: Coating characteristics and influence of heat treatment on the phase structure. *Applied Surface Science*. Elsevier, 2008, roč. 255, č. 5, s. 2538-2544.
ISSN 0169-4332. DOI: 10.1016/j.apsusc.2008.07.127.
Dostupné z: <http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0169433208017571>
- [23] DEEVI, S.C. a SIKKA. Nickel and iron aluminides: an overview on properties, processing, and applications. *Intermetallics*, 1996, roč. 4, č. 5, s. 357-375. ISSN 0966-9795.
DOI: 10.1016/0966-9795(95)00056-9.
Dostupné z: <http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/0966979595000569>
- [24] BERDOVSKY, Yakov N. *Intermetallics Research Progress*. New York: Nova Science Pub Inc, 2008. ISBN 978-1-60021-982-5.
- [25] DAVID, J.R. *ASM Specialty Handbook: Heat-Resistant Material*. USA: ASM International, 1998. ISBN 0-87170-654-7.

- [26] MEHRER, H., M. EGGERSMANN, A. GUDE, M. SALAMON a B. SEPIOL. Diffusion in intermetallic phases of the Fe–Al and Fe–Si systems. *Materials Science and Engineering: A* [online]. 1997, 239-240 [cit. 2015-02-22]. DOI: [http://dx.doi.org/10.1016/S0921-5093\(97\)00680-1](http://dx.doi.org/10.1016/S0921-5093(97)00680-1). Dostupné z: <http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0921509397006801>
- [27] MORRIS, David G., Maria A. MUÑOZ-MORRIS a Jesus CHAO. Development of high strength, high ductility and high creep resistant iron aluminide. *Intermetallics* [online]. 2004, roč. 12, 7-9 [cit. 2015-03-02]. DOI: <http://dx.doi.org/10.1016/j.intermet.2004.02.032>. Dostupné z: <http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0966979504000640>
- [28] LIU, C.T., E.P. GEORGE, P.J. MAZIASZ a J.H. SCHNEIBEL. Recent advances in B2 iron aluminide alloys: deformation, fracture and alloy design. *Materials Science and Engineering: A* [online]. 1998, roč. 258, 1-2 [cit. 2015-03-02]. DOI: [http://dx.doi.org/10.1016/S0921-5093\(98\)00921-6](http://dx.doi.org/10.1016/S0921-5093(98)00921-6). Dostupné z: <http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0921509398009216>
- [29] LAPIN, J. Microstructure and mechanical properties of iron aluminides processed by reactive squeeze infiltration. *Materials Letter*. 2004, roč. 58, č. 24, s. 3007-3011. DOI: 10.1016/j.matlet.2004.05.029, ISSN 0167-577X. Dostupné z: <http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0167577X04003490>
- [30] MORRIS, D.G. a M.A. MORRIS-MUÑOZ. The influence of microstructure on the ductility of iron aluminides. *Intermetallics* [online]. 1999, roč. 7, č. 10 [cit. 2015-03-02]. DOI: [http://dx.doi.org/10.1016/S0966-9795\(99\)00038-2](http://dx.doi.org/10.1016/S0966-9795(99)00038-2). Dostupné z: <http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0966979599000382>
- [31] YOSHIMI, Kyosuke a Shuji HANADA. The strength properties of iron aluminides. *JOM*, 1997, roč. 49, č. 8, s. 46-49. ISSN 1047-4838, 1543-1851. DOI: 10.1007/BF02914403. Dostupné z: <http://link.springer.com/article/10.1007/BF02914403>
- [32] TORTORELLI, P.F. a K. NATESAN. Critical factors affecting the high-temperature corrosion performance of iron aluminides. *Materials Science and Engineering: A*. 1998, roč. 258, 1-2, s. 115-125. DOI: 10.1016/S0921-5093(98)00924-1, ISSN 0921-5093. Dostupné z: <http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0921509398009241>
- [33] PAIDAR, V. Mechanical properties of iron- and nickel-base aluminides. *Materials Science and Engineering: A*. 1997, roč. 234-236, s. 15-21. ISSN 0921-5093. DOI: 10.1016/S0921-5093(97)00149-4. Dostupné z: <http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0921509397001494>
- [34] STOLOFF, N.S. a C.T. LIU. Environmental embrittlement of iron aluminides. *Intermetallics*. 1994, roč. 2, č. 2, s. 75-87. DOI: 10.1016/0966-9795(94)90001-9, ISSN 0966-9795. Dostupné z: <http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0966979594900019>
- [35] MORRIS, D.G. Possibilities for high-temperature strengthening in iron aluminides. *Intermetallics*. 1998, roč. 6, 7-8, s. 753-758. DOI: 10.1016/S0966-9795(98)00028-4, ISSN 0966-9795. Dostupné z: <http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0966979598000284>

- [36] DEEVI, S.C., V.K. SIKKA a C.T. LIU. Processing, properties, and applications of nickel and iron aluminides. *Progress in Materials Science*, 1997, roč. 42, 1-4, s. 177-192. ISSN 0079-6425. DOI: 10.1016/S0079-6425(97)00014-5.
Dostupné z: <http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0079642597000145>
- [37] WANG, C.P., X.J. LIU, I. OHNUMA, R. KAINUMA a K. ISHIDA. Thermodynamic Database of the Phase Diagrams in Cu-Fe Base Ternary Systems. *Springer-Verlag* [online]. 2004, roč. 25, č. 4, s. 320-328 [cit. 2015-01-09]. DOI: 10.1007/s11669-004-0150-5.
Dostupné z: <http://dx.doi.org/10.1007/s11669-004-0150-5>
- [38] KRIFA, M., M. MHADHBI, L. ESCODA, J. SAURINA, J.J. SUÑOL, N. LLORCA-ISERN, C. ARTIEDA-GUZMÁN a M. KHITOUNI. Phase transformations during mechanical alloying of Fe–30% Al–20% Cu. *Powder Technology* [online]. 2013, roč. 246, s. 117-124 [cit. 2015-01-09]. DOI: <http://dx.doi.org/10.1016/j.powtec.2013.05.015>.
Dostupné z: <http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S003259101300363X>
- [39] AZABOU, M., H. Ibn GHARSALLAH, L. ESCODA, J.J. SUÑOL, A.W. KOLSI a M. KHITOUNI. Mechanochemical reactions in nanocrystalline Cu–Fe system induced by mechanical alloying in air atmosphere. *Powder Technology* [online]. 2012, roč. 224, s. 338-344 [cit. 2015-01-09]. DOI: <http://dx.doi.org/10.1016/j.powtec.2012.03.016>.
Dostupné z: <http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0032591012001799>
- [40] SHI, Guodong, Xiaohua CHEN, Han JIANG, Zidong WANG, Hao TANG a Yongquan FAN. 2015. Strengthening mechanisms of Fe nanoparticles for single crystal Cu–Fe alloy. *Materials Science and Engineering: A* [online]. **636** [cit. 2015-05-15]. DOI: <http://dx.doi.org/10.1016/j.msea.2015.03.081>.
Dostupné z: <http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0921509315003329>
- [41] KŐSZEGI, L. Quenched-in stresses in FeCu(5%) alloy. *Physica B: Condensed Matter* [online]. 2004, roč. 350, 1-3, E487-E490 [cit. 2015-01-09]. DOI: <http://dx.doi.org/10.1016/j.physb.2004.03.127>.
Dostupné z: <http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0921452604003424>
- [42] GORNOSTYREV, Yu. N., I. N. KAR'KIN a L. E. KAR'KINA. Interaction of Dislocations with Nanoprecipitates of the Metastable Phase and Dispersion Strengthening of the Fe–Cu Alloy. *Physics of the Solid State* [online]. 2011, roč. 53, č. 7 [cit. 2015-03-10]. DOI: 10.1134/S1063783411070146.
Dostupné z: <http://link.springer.com/article/10.1134%2FS1063783411070146>
- [43] CRESPO, P., N. MENÉNDEZ, J.D. TORNERO, M.J. BARRO, J.M. BARANDIARÁN, A. GARCÍA ESCORIAL a A. HERNANDO. Mössbauer spectroscopy evidence of a spinodal mechanism for the thermal decomposition of f.c.c. FeCu. *Acta Materialia* [online]. 1998, roč. 46, č. 12, s. 4161-4166 [cit. 2015-01-10]. DOI: [http://dx.doi.org/10.1016/S1359-6454\(98\)00111-6](http://dx.doi.org/10.1016/S1359-6454(98)00111-6).
Dostupné z: <http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S1359645498001116>

- [44] SMITH, Hillary L., B. C. HORNBUCKLE, L. MAUGER, B. FU, S. J. TRACY, G. B. THOMPSON, M. S. LUCAS, Y. XIAO, M. Y. HU, J. ZHAO, E. Ercan ALP a B. FULTZ. Changes in vibrational entropy during the early stages of chemical unmixing in fcc Cu–6% Fe. *Acta Materialia* [online]. 2013, roč. 61, č. 19 [cit. 2015-03-10]. DOI: <http://dx.doi.org/10.1016/j.actamat.2013.08.057>. Dostupné z: <http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S1359645413006630>
- [45] ZHOU, Shengfeng, Tianyou ZHANG, Zheng XIONG, Xiaoqin DAI, Chao WU a Zhishong SHAO. Investigation of Cu–Fe-based coating produced on copper alloy substrate by laser induction hybrid rapid cladding. *Optics & Laser Technology* [online]. 2014, roč. 59 [cit. 2015-03-10]. DOI: <http://dx.doi.org/10.1016/j.optlastec.2013.12.013>. Dostupné z: <http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0030399213004635>
- [46] MINOV, Boris, Dmitry TEREITYEV, Wouter VAN RENTERGHEM, Yuri OSETSKY a Milan J. KONSTANTINOVIC. Effect of low-temperature phase transition on mechanical behavior of Fe–Cu alloys. *Materials Science and Engineering: A* [online]. 2014, roč. 597 [cit. 2015-03-30]. DOI: <http://dx.doi.org/10.1016/j.msea.2013.12.071>. Dostupné z: <http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0921509313014457>
- [47] FUJIMURA, Y., H. YOSHIKAWA, Shou NAKAGAWA, Y. OKAMOTO, N. ISHIKAWA, Y. SAITOH, F. HORI a A. IWASE. EXAFS study on solute precipitation in FeCu alloy induced by energetic electron bombardments and thermal aging. *Nuclear Instruments and Methods in Physics Research Section B: Beam Interactions with Materials and Atoms* [online]. 2014 [cit. 2015-02-08]. DOI: <http://dx.doi.org/10.1016/j.nimb.2014.11.043>. Dostupné z: <http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0168583X14009240>
- [48] CAMMELLI, S., C. DEGUELDRÉ, A. CERVELLINO, S. ABOLHASSANI, G. KURI, J. BERTSCH, D. LÜTZENKIRCHEN-HECHT a R. FRAHM. Cluster formation, evolution and size distribution in Fe–Cu alloy: Analysis by XAFS, XRD and TEM. *Nuclear Instruments and Methods in Physics Research Section B: Beam Interactions with Materials and Atoms* [online]. 2010, roč. 268, č. 6 [cit. 2015-02-08]. DOI: <http://dx.doi.org/10.1016/j.nimb.2009.12.008>. Dostupné z: <http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0168583X09013226>
- [49] JIANG, J.Z., C. GENTE a R. BORMANN. Mechanical alloying in the Fe–Cu system. *Materials Science and Engineering: A* [online]. 1998, roč. 242, 1-2, s. 268-277 [cit. 2015-01-10]. DOI: [http://dx.doi.org/10.1016/S0921-5093\(97\)00522-4](http://dx.doi.org/10.1016/S0921-5093(97)00522-4). Dostupné z: <http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0921509397005224>
- [50] CACCIAMANI, G., A. DINSDALE, M. PALUMBO a A. PASTUREL. The Fe–Ni system: Thermodynamic modelling assisted by atomistic calculations. *Intermetallics* [online]. 2010, roč. 18, č. 6, s. 1148-1162 [cit. 2015-02-09]. DOI: <http://dx.doi.org/10.1016/j.intermet.2010.02.026>. Dostupné z: <http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0966979510001020>

- [51] SCORZELLI, R. B. A study of phase stability in invar Fe–Ni alloys obtained by non-conventional methods. *Hyperfine Interactions* [online]. 1997, roč. 110, 1-2 [cit. 2015-04-03]. DOI: 10.1023/A:1012679517295.
Dostupné z: <http://link.springer.com/article/10.1023%2FA%3A1012679517295>
- [52] XIONG, W., H. ZHANG, L. VITOS a M. SELLEBY. Magnetic phase diagram of the Fe–Ni system. *Acta Materialia* [online]. 2011, roč. 59, č. 2, s. 521-530 [cit. 2015-02-09]. DOI: <http://dx.doi.org/10.1016/j.actamat.2010.09.055>.
Dostupné z: <http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S1359645410006324>
- [53] MISHIN, Y., M. J. MEHL a D. A. PAPACONSTANTOPOULOS. Phase stability in the Fe–Ni system: Investigation by first-principles calculations and atomistic simulations. *Acta Materialia* [online]. 2005, roč. 53, č. 15, s. 4029-4041 [cit. 2015-02-09]. DOI: <http://dx.doi.org/10.1016/j.actamat.2005.05.001>.
Dostupné z: <http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S1359645405002843>
- [54] SHIGA, Masayuki. Invar alloys. *Current Opinion in Solid State and Materials Science* [online]. 1996, roč. 1, č. 3 [cit. 2015-03-02]. DOI: [http://dx.doi.org/10.1016/S1359-0286\(96\)80023-4](http://dx.doi.org/10.1016/S1359-0286(96)80023-4).
Dostupné z: <http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S1359028696800234>
- [55] ONO, F., Y. HAMATANI, Y. MUKUMOTO, S. KOMATSU, N. ISHIKAWA, Y. CHIMI, A. IWASE, T. KAMBARA, C. MÜLLER a R. NEUMANN. Modification of Fe–Ni Invar alloys by high-energy ion beams. *Nuclear Instruments and Methods in Physics Research Section B: Beam Interactions with Materials and Atoms* [online]. 2003, roč. 206 [cit. 2015-03-03]. DOI: [http://dx.doi.org/10.1016/S0168-583X\(03\)00748-1](http://dx.doi.org/10.1016/S0168-583X(03)00748-1).
Dostupné z: <http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0168583X03007481>
- [56] DAVID, J. R. *Nickel, Cobalt and Their Alloys: 8 (ASM Specialty Handbook)*. Ohio, USA: ASM International, 2000. ISBN 978-0-87170-685-0.
- [57] COUTU, L., L. CHAPUT a T. WAECKERLE. 50.50 FeNi permalloy with Ti and Cr additions for improved hardness and corrosion resistance. *Journal of Magnetism and Magnetic Materials* [online]. 2000, 215-216 [cit. 2015-04-03]. DOI: [http://dx.doi.org/10.1016/S0304-8853\(00\)00125-6](http://dx.doi.org/10.1016/S0304-8853(00)00125-6).
Dostupné z: <http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0304885300001256>
- [58] VINOGRADOV, A., S. HASHIMOTO a V.I. KOPYLOV. Enhanced strength and fatigue life of ultra-fine grain Fe–36Ni Invar alloy. *Materials Science and Engineering: A* [online]. 2003, roč. 355, 1-2 [cit. 2015-03-03]. DOI: [http://dx.doi.org/10.1016/S0921-5093\(03\)00082-0](http://dx.doi.org/10.1016/S0921-5093(03)00082-0).
Dostupné z: <http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0921509303000820>
- [59] BITKULOV, I. Kh., A. M. BURKHANOV, V. A. KAZANTSEV, R. R. MULYUKOV, Kh. Ya. MULYUKOV a I. M. SAFAROV. Effect of severe plastic deformation on the properties of the Fe-36% Ni invar alloy. *The Physics of Metals and Metallography* [online]. 2006, roč. 102, č. 1 [cit. 2015-04-03]. DOI: 10.1134/S0031918X06070131.
Dostupné z: <http://link.springer.com/article/10.1134%2FS0031918X06070131>

- [60] YUAN, Y., Z.H. ZHONG, Z.S. YU, H.F. YIN, Y.Y. DANG, X.B. ZHAO, Z. YANG, J.T. LU, J.B. YAN a Y. GU. Microstructural evolution and compressive deformation of a new Ni–Fe base superalloy after long term thermal exposure at 700 °C. *Materials Science and Engineering: A* [online]. 2014, roč. 619 [cit. 2015-02-15]. DOI: <http://dx.doi.org/10.1016/j.msea.2014.09.095>. Dostupné z: <http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0921509314012118>
- [61] NAKAMA, K., K. SUGITA a Y. SHIRAI. Effect of MC Type Carbides on Age Hardness and Thermal Expansion of Fe–36 wt%Ni–0.2 wt%C Alloy. *Metallography, Microstructure, and Analysis* [online]. 2013, roč. 2, č. 6 [cit. 2015-04-03]. DOI: 10.1007/s13632-013-0101-9. Dostupné z: <http://link.springer.com/article/10.1007/s13632-013-0101-9>
- [62] TREFIL, James S. *Encyclopedia of science and technology*. New York: Routledge, 2001, 554 s. ISBN 0415937248.
- [63] GRZYBOWSKI, Bartosz A. *Chemistry in Motion: Reaction–Diffusion Systems for Micro- and Nanotechnology*. USA: John Wiley & Sons Ltd., 2009, 302 s. ISBN 978-0-470-03043-1.
- [64] SHEWMON, Paul G. *Diffusion in Solids*. Second edition. Warrendale, Pa.: The Minerals, Metals & Materials Society, 1989, 246 s. ISBN 13 978-0873391054.
- [65] PAUL, Aloke. *The Kirkendall effect in solid state diffusion*. Eindhoven: Technische Universiteit Eindhoven, 2004, 155 s. ISBN 90-386-2646-0.
- [66] KRAUS, Václav. *Tepelné zpracování a slinování*. Plzeň: Západočeská universita, 2013. ISBN 978-80-261-0260-1.
- [67] STEJSKAL, P. *Reakční syntéza objemových intermetalických materiálů z kineticky nanášených depozitů*. Brno: Vysoké učení technické v Brně, Fakulta strojního inženýrství, 2013. 88 s. Vedoucí diplomové práce doc. Ing. Vít Jan, Ph.D.
- [68] SUGANUMA, K. *Simple fabrication process of intermetallic compounds utilizing lowtemperature pressure casting of aluminum*. *Materials Letters*. 16, 1993. DOI: 10.1016/0167-577X(93)90176-X. Dostupné z: <http://linkinghub.elsevier.com/retrieve/pii/0167577X9390176X>.
- [69] TIBERGHIE, D., J. LAPIN, S. RYELANDT a F. DELANNAY. On the control of the residual porosity in iron aluminides processed by reactive squeeze-infiltration of aluminium into a preform of steel fibres. *Materials Science and Engineering: A* [online]. 2002, roč. 323, 1-2 [cit. 2015-03-24]. DOI: [http://dx.doi.org/10.1016/S0921-5093\(01\)01379-X](http://dx.doi.org/10.1016/S0921-5093(01)01379-X). Dostupné z: <http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S092150930101379X>
- [70] SURYANARAYANA, C. Mechanical alloying and milling. *Progress in Materials Science* [online]. 1998, roč. 46, 1-2, s. 1-184 [cit. 2015-01-10]. DOI: [http://dx.doi.org/10.1016/S0079-6425\(99\)00010-9](http://dx.doi.org/10.1016/S0079-6425(99)00010-9). Dostupné z: <http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0079642599000109>

- [71] GESSINGER, G. H. *Powder Metallurgy of Superalloys: Butterworths Monographs in Materials*. Great Britain: Butterworth-Heinemann, 1984. ISBN 0-408-11033-3.
- [72] DAVIS, J. R. *Aluminum and Aluminum Alloys: ASM Specialty Handbook*. Ohio: ASM International, 1993. ISBN 978-0-87170-4926.
- [73] HRČKOVÁ, M. *Optimalizace tepelného zpracování slitiny hliníku AlSi7Mg0,6*. Brno: Vysoké učení technické v Brně, Fakulta strojního inženýrství, 2011. 61 s. Vedoucí diplomové práce Ing. Martin Juliš, Ph.D..
- [74] FOLTÝNEK, J. *Prášková metalurgie a základy procesu slinování*. Brno: Vysoké učení technické v Brně, Fakulta strojního inženýrství, 2011. 73 s. Vedoucí bakalářské práce Ing. Ladislav Čelko, Ph.D.
- [75] MATĚJKOVÁ, M. *Únavové vlastnosti materiálů s ochrannými vrstvami nanesenými technologiemi žárového nanášení*. Brno: Vysoké učení technické v Brně, Fakulta strojního inženýrství, 2013. 60 s. Vedoucí diplomové práce Ing. Jan Čížek, Ph.D.
- [76] KURODA, Seiji, Jin KAWAKITA, Makoto WATANABE a KATANODA. Warm spraying—a novel coating process based on high-velocity impact of solid particles. *Science and Technology of Advanced Materials*. 2008, roč. 9, č. 3, s. 1-17.
- [77] PLUHAŘ, Jaroslav et al. *Nauka o materiálech*. Vyd. 1. Praha: SNTL, 1989, 549 s.
- [78] HRIVŇÁK, Ivan. *Elektrónová mikroskopie ocelí*. 1. vyd. Bratislava: Veda, 1986, 284 s.
- [79] KUČEŘÍK, Jiří. Chempoint. *Chempoint* [online]. 2011 [cit. 2015-01-10]. Dostupné z: <http://www.chempoint.cz/kucerik-2>
- [80] ŠTARHA, Pavel a Zdeněk TRÁVNÍČEK. Termická analýza. In: *Univerzita Palackého v Olomouci* [online]. 2011 [cit. 2015-04-13]. Dostupné z: http://agch.upol.cz/userfiles/file/pdf/Termicka_analyza.pdf
- [81] Metody termické analýzy. *Centrum materiálového výzkumu* [online]. 2015 [cit. 2015-01-10]. Dostupné z: <http://www.materials-research.cz/cz/laboratore/laborator-biokoloidu/termicka-analyza-a-kalorimetrie/metody-termicke-analyzy/>
- [82] ÚSTAV MATERIÁLOVÝCH VĚD A INŽENÝRSTVÍ, FSI VUT v Brně. *Hodnocení mikrotvrdosti struktur materiálů* [online]. 2012 [cit. 2015-02-09]. Dostupné z: <http://ime.fme.vutbr.cz/images/umvi/opory/hmsm/index.htm>
- [83] ČÍŽEK, J.: THERMALLY SPRAYED BIO-CERAMIC COATINGS: A study on process parameters influence on coating properties, Nanyang Technological University, 2010, 269p.

[84] CHAMPAGNE, Victor K. *The cold spray materials deposition process: Fundamentals and applications*. USA: Woodhead Publishing Limited and CRC Press LLC, 2007. ISBN 978-1-4200-6670-8.

[85] PAPYRIN, Anatolii, Vladimir KOSAREV, Sergey KLINKOV, Anatolii ALKIMOV a Vasily FOMIN. *Cold spray technology*. UK: Elsevier Ltd., 2007. ISBN 978-0-08-045155-8.

[86] ASSADI, Hamid, Frank GRÄTNER, Thorsten STOLTENHOFF a Heinrich KREYE. Bonding mechanism in cold gas spraying. *Acta Materialia*. 2003, roč. 51, č. 15, s. 4379-4394. DOI: 10.1016/S1359-6454(03)00274-X, ISSN 1359-6454.
Dostupné z: <http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S135964540300274X>

[87] DONG, Qiyi, Mingpu WANG, Leinuo SHEN, Yanlin JIA a Zhou LI. 2015. Diffraction analysis of α -Fe precipitates in a polycrystalline Cu-Fe alloy. *Materials Characterization* [online]. [cit. 2015-05-15].
DOI: <http://dx.doi.org/10.1016/j.matchar.2015.05.012>. ISSN 1044-5803.
Dostupné z: <http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S104458031500159X>

8 SEZNAM POUŽITÝCH ZKRATEK

Antisite atom	atom B, který je umístěn na pozici atomu A
FCC	kubická plošně středěná mřížka
BCC	kubická prostorově středěná mřížka
HCP	hexagonální těsně uspořádaná mřížka
at. %	atomová procenta
hm. %	hmotnostní procenta
T_m	teplota tavení
T_c	kritická teplota přeměny uspořádané struktury na neuspořádanou a naopak
UFG	ultra-fine grained materials = materiály s ultra jemnými zrny
ECAP	Equal-channel angular pressing
sml	standard litres per minute = průtok za minutu
rpm	revolutions per minute = otáčky za minutu
SM	světelný mikroskop
REM	rastrovací elektronový mikroskop
LN	liquid nitrogen = tekutý dusík